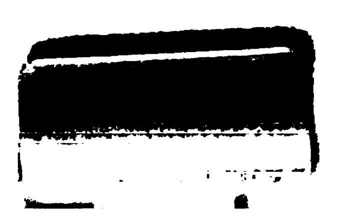


MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE

ADMINISTRATION DU SERVICE DE SANTÉ ET DE L'HYGIÈNE PUBLIQUE

DE L'UNIFICATION INTERNATIONALE

DES

MÉTHODES D'ANALYSE

DES

DENRÉES ALIMENTAIRES

DOCUMENTS

1er Volume

Conventions adoptées dans des Congrès internationaux.
Méthodes suivies en Autriche, en Suisse, en Allemagne et aux États-Unis.

BRUXELLES
TYPOGRAPHIE ET LITHOGRAPHIE A. LESIGNE
27, Rue de la Charité, 27

1906

	AUTRICHE.	SUISSE.	ALLEMAGNE.	ÉTATS-UNIS.	Congr[illegible] Intern[illegible]
Aldéhyde formique (recherche). .	»	539	862	230	»
Acide salicylique (id.).	»	538	860	232	»
Acide benzoïque (id.)	»	540	861	233	»
Viandes, charcuteries, etc. :					
Définitions	569, 571	304	863, 870	21	»
Appréciation.	570, 572	305	871	21	»
Parasites, altérations diverses (recherche)	573, 574	»	»	23	»
Eau (dosage).	579	308	»	24	»
Matières minérales ou cendres (id.)	»	»	»	25	»
Matières azotées (id.)	»	»	»	27	»
Extrait éthéré (id.)	»	»	»	26	»
Sucre réducteur (id.)	»	»	»	30	»
Amidon et farines (recherche et dosage).	576	309	873	28	»
Viande de cheval (recherche). . .	575	306	864, 872	22, 29	»
Matières colorantes étrangères (id.)	578	310	869	33	»
Antiseptiques (id.)	577	307	865 à 868	31, 32	»
Extraits et peptones de viande :					
Définitions.	»	»	874	»	»
Falsifications.	»	»	875	»	»
Appréciation.	»	»	876	»	»
Préparation pour l'analyse. . . .	»	»	877	»	»
Eau (dosage).	»	»	878	24	»
Matières minérales (id.).	»	»	882	25	»
Extrait alcoolique (id.)	»	»	883	»	»
Azote et composés azotés (id.) . .	»	»	879	27	»
Graisse (id.)	»	»	880	26	»
Sucre et dextrine (id.).	»	»	881	30	»
Lait :					
Définition.	580	245	884	54	»
Altérations et falsifications. . . .	581	»	885	»	»
Appréciation.	582, 591	246	886	54	»
Prise d'échantillon, conservation .	583	»	»	»	2
Examen microscopique	»	261	»	»	»
Poids spécifique (détermination) .	584	247	887	»	»
Résidu sec (dosage).	586	249	889	55	»
Poids spécifique du résidu sec (calcul).	»	»	890	»	»
Matières minérales (dosage) . . .	590	253	891	»	»
Matières albuminoïdes (id.). . . .	588	251	892	»	»
Matière grasse (id.).	587	248	888	56	»
Poids spécifique du sérum (détermination)	»	250	»	»	»
Sucre de lait (dosage).	589	252	893	»	»

	AUTRICHE.	SUISSE.	ALLEMAGNE.	ÉTATS-UNIS.	Congrès internatio[nal]
Acides gras liquides et solides (dosage)	»	»	»	41	»
Acides gras solubles (id.)	»	»	»	38	»
Acides gras insolubles (id.)	»	»	914	38	»
Indice d'acides volatils (détermination)	»	271, 301	912	40	»
Substances insaponifiables (recherche et dosage)	626	294	915	44	»
Matières résineuses (id.)	626	»	916	48	»
Phytostérine et cholestérine (recherche)	»	»	917	43	»
Indice d'acétyle (détermination)	»	»	»	42	»
Huiles de coton, de sésame, d'arachide et autres huiles végétales (recherche)	»	287 à 290, 292	932 à 935	49 à 52	»
Beurre et graisse de beurre :					
Définitions	611	268	918	60	»
Altérations et falsifications	614, 615	»	919	»	»
Appréciation	612, 613	269	920	60	3
Essai microscopique	»	»	925	»	»
Eau (dosage)	616	270	921	61	»
Caséine, lactose et sels (dosage)	618	»	922	»	»
Matière grasse (dosage)	617	273	923	62	»
Matières grasses étrangères (recherche et dosage)	621	271	»	63, 64, 65	»
Degré d'acidité (détermination)	622	272	924	»	»
Huile de sésame (recherche)	»	»	927	»	»
Matières colorantes étrangères (id.)	620	274	926	67, 68	»
Agents de conservation (id.)	619	274	»	»	»
Beurre retravaillé (id.)	»	»	»	66	»
Margarine, beurre artificiel :					
Définition, caractères	623	286	928	»	»
Huile de sésame (dosage)	»	»	929	»	»
Saindoux	632	»	»	»	»
Définitions	»	286	»	34	»
Falsifications	»	»	930	»	»
Appréciation	»	286	931	34	»
Graisse de bœuf	633	286	»	»	»
Oléomargarine	634	»	»	»	»
Graisse de coco et autres graisses végétales	635	286, 289	»	»	»

	AUTRICHE.	SUISSE.	ALLEMAGNE.	ÉTATS-UNIS.	Congr… internat…
Poudres panifiantes :					
Acide carbonique total (dosage). .	»	»	»	217	»
Acide carbonique résiduel (id.) . .	»	»	»	218	»
Acidité (id.).	»	»	»	219	»
Acide tartrique (recherche). . . .	»	»	»	220, 221	»
Amidon (dosage)	»	»	»	222	»
Bitartrate potassique et acide tartrique libre (id.)	»	»	»	223, 224	»
Alun (recherche).	»	»	»	225	»
Cendres (analyse).	»	»	»	226	»
Acide phosphorique (dosage). . .	»	»	»	227	»
Acide sulfurique (id.).	»	»	»	228	»
Ammoniaque (id.)	»	»	»	229	»
Amidons :					
Définitions	651	»	952	»	»
Falsifications et contrefaçons. . .	652	»	»	»	»
Farines lactées :					
Définition.	»	328	»	»	»
Appréciation	»	329	»	»	»
Légumes en général, pommes de terre, pois . . .	658, 659, 660	»	»	»	»
Champignons	661, 662	»	»	»	»
Fruits	663	»	»	»	»
Conserves de légumes et de fruits :					
Définitions	»	526	1031	94	»
Falsifications et altérations. . . .	»	»	1032	»	»
Appréciation.	»	527	1033	»	»
Acides libres (dosage).	»	»	1037	92	»
Matières colorantes (recherche). .	»	»	1036	91	»
Edulcorants artificiels (id). . . .	»	»	1039	88	»
Glucose dextrineux (recherche). .	»	»	1038	»	»
Cuivre (recherche et dosage). . .	»	528	»	»	»
Zinc et métaux divers (recherche).	»	529	1035	93	»
Agents de conservation (id.) . . .	»	»	1034	89, 90	»
Etat de conservation (examen) . .	»	»	1040	»	»

	AUTRICHE.	SUISSE.	ALLEMAGNE.	ÉTATS-UNIS.	Cong… intern…
Appréciation	751	474	1143	»	»
Analyse microscopique et botanique	754	475	1148	»	»
Eau (dosage)	»	479	»	»	»
Cendres (dosage et essai)	»	478	»	»	»
Acide phosphorique et alcalis (dosage)	755	»	»	»	»
Matière grasse (id.)	752	476	1144	»	»
Matière grasse (vérification de la pureté)	753	476	1145	»	»
Sucre (dosage)	756	477	1147	»	»
Amidon (id.)	758	480	»	»	»
Cellulose (id.)	»	481	»	»	»
Théobromine et caféine (id.)	757	482	1146	»	»
Epices en général :					
Définition et appréciation	664	»	»	95	»
Préparation, composition, falsifications	664	»	955	»	»
Examen microscopique	»	»	»	112	»
Perte de poids à 100°-110° (détermination)	»	»	955	96	»
Cendres (dosage et analyse)	»	»	954	97 à 102	»
Extrait alcoolique (dosage)	»	»	956	104	»
Extrait éthéré (id.)	»	»	956	103	»
Huiles volatiles (id.)	»	»	957	103	»
Azote (id.)	»	»	»	108	»
Amidon (dosage)	»	»	»	105, 106	»
Cellulose (id.)	»	»	»	107	»
Poivre	701, 702, 703	330 à 333	964	95	»
Pipérine (dosage)	»	»	963	109	»
Piment	704, 705, 706	334	966	95	»
Poivre de Cayenne (piment rouge)	710, 711	335 à 338	»	95	»
Paprica	707, 708, 709	»	965	95	»
Moutarde	733, 734, 735	341 à 344	970	95	»
Huile essentielle de moutarde (dosage)	»	344	971	101	»
Curcuma (recherche)	»	»	972	»	»

	AUTRICHE.	SUISSE.	ALLEMAGNE.	ÉTATS-UNIS.	Co… inte…
Câpres	687, 688, 689	»	981	95	»
Laurier	684, 685, 686	»	982	95	»
Marjolaine	674, 675	»	983	95	»
Thym	679, 680	»	984	95	»
Sauge	681, 682, 683	»	»	95	»
Céleri	»	»	»	95	»
Radis	»	»	»	95	»
Sucre (de canne ou de betterave) :					
Définition, composition, appréciation	759, 760, 761, 762, 763	521, 522	996	74	»
Falsifications	»	»	997	»	»
Analyse	»	»	»	»	6, 7
Poids spécifique des sirops et mélasses (détermination)	»	»	1001	»	»
Eau (dosage)	»	524	999	75	»
Cendres (id.)	»	525	1000	76	»
Saccharose (id.)	»	523	998	»	»
Matières minérales étrangères (recherche)	»	»	»	77	»
Sucre et sirop d'amidon (glucose) :					
Définition, composition, appréciation	764	»	1002	74	»
Eau (dosage)	»	»	1003	»	»
Cendres (id.)	»	»	1006	»	»
Sucres et dextrine (id.)	»	»	1004	»	»
Acidité (détermination)	»	»	1005	»	»
Maltose	765	521	»	»	»
Sucre de lait	766	521	»	»	»

	AUTRICHE.	SUISSE.	ALLEMAGNE.	ÉTATS-UNIS.	Cong intern
Jus de fruits, gelées, sirops et confitures :					
Définitions	784, 790	505	1013	»	»
Additions permises, falsifications.	785, 786, 791, 792	506	1014	»	»
Altérations	»	»	1015	»	»
Appréciation	787	507	1016	»	»
Analyse botanique et microscopique	»	508	1030	»	»
Densité (détermination).	»	509	»	»	»
Eau ou extrait (dosage)	»	513	1017	146	»
Matières organiques (id.)	»	»	1018	»	»
Matières minérales (dosage et analyse).	788	514	1019	149, 150	»
Matières insolubles (dosage) . . .	»	»	»	147	»
Azote (id.)	788	»	1022	154	»
Sucres (id.)	788	515, 516	1020	155, 156, 157	»
Dextrine (id.)	»	»	»	158, 159	»
Alcool (id.)	788	»	1023	148	»
Acides libres (id.)	788	512	1021	151	»
Acides volatils (id.).	»	»	»	152	»
Acides tartrique, citrique et malique (id.).	»	»	1028	160, 161, 162	»
Amidon (recherche).	»	»	»	166	»
Acides minéraux libres	»	512	»	153	»
Métaux lourds nuisibles (recherche)	789	518	1026	169	»
Gélatine, agar-agar (id.).	»	520	1029	167, 168	»
Colorants artificiels (id.).	788	510	1027	164	»
Matières aromatiques (détermination).	»	517	»	»	»
Edulcorants artificiels (recherche).	788	»	1025	165	»
Agents de conservation (id.) . . .	788	519	1024	163	»
Moût de raisin :					
Définitions, additions permises. .	777, 778	»	»	»	»
Additions interdites.	779	»	»	»	»
Appréciation	780	»	»	»	»
Poids spécifique (détermination) .	781	»	»	»	»
Extrait (dosage)	782	»	»	»	»
Divers (id.)	783	»	»	»	»
Vins et boissons vineuses :					
Définition.	793, 820, 823, 825	360, 360bis, 388, 398, 399, 400, 403	»	»	»
Additions permises.	794, 821, 824	»	»	»	»
Falsifications	795, 822, 824	»	»	»	»

	AUTRICHE.	SUISSE.	ALLEMAGNE.	ÉTATS-UNIS.	Congrès internati
Glycérine (dosage)	»	421	1115	200	»
Acidité (détermination)	»	412	1114	196	»
Acides volatils, acide carbonique (dosage)	»	417, 418	1114	197, 204	»
Hydrates de carbone (id.)	»	419, 420	1111	198, 199	»
Densité originelle du moût (détermination)	»	»	»	194	»
Extrait primitif (calcul)	»	414	»	»	»
Degré de fermentation (id.)	»	415, 415bis	»	195	»
Matières colorantes (recherche)	»	425	»	»	»
Substances amères (id.)	»	424	»	»	»
Saccharine (id.)	»	429	»	»	»
Acide sulfureux (dosage)	»	427	1116	204	»
Acide salicylique (recherche et dosage)	»	413	1117	204	»
Acide benzoïque et antiseptiques divers (recherche)	»	426, 428	1118	204	»
Alcools, eaux-de-vie et liqueurs :					
Définitions	830, 832	430	1060	»	»
Falsifications et additions accidentelles	»	»	1061	»	»
Appréciation, analyse	831, 833 à 835	431	1062	»	8, 9
Poids spécifique (détermination)	»	445	1063	206	»
Extrait (dosage)	»	433	1065	208	»
Matières minérales (id.)	»	433	1067	209	»
Alcool (id.)	»	432	1064	207	»
Fusel (id.)	»	439	1069	212	»
Aldéhydes (recherche et dosage)	»	436	1070	213	»
Furfurol (id.)	»	437	1071	215	»
Ethers (dosage)	»	435	1072	214	»
Glycérine (id.)	»	»	1074	»	»
Acidité (détermination)	»	434	1068	210	»
Sucres (dosage)	»	»	1066	211	»
Acide cyanhydrique (recherche et dosage)	»	440	1080	»	»
Nitrobenzine, acide nitreux et bases (recherche)	»	443	»	»	»
Saccharine et autres édulcorants artificiels (recherche et dosage)	»	442	1073	»	»
Principes amers et irritants (recherche)	»	»	1075	»	»
Acides minéraux libres (id.)	»	»	1078	»	»
Métaux nuisibles (id.)	»	438	1077	»	»
Matières colorantes (id.)	»	441	1076	216	»
Dénaturants (id.)	»	444	1079	»	»
Teinture de vanille :					
Extrait total (dosage)	»	»	»	128	»
Cendres (dosage et analyse)	»	»	»	129, 130	»

	AUTRICHE.	SUISSE.	ALLEMAGNE.	ÉTATS-UNIS.	Congrè internati
Eau :					
Définition	»	»	1149	»	»
Appréciation.	»	541	1150	»	10
Analyse microscopique	»	»	1160	»	»
Analyse bactériologique.	»	555	1161	»	»
Résidu d'évaporation (dosage) . .	»	542	1151	»	»
Perte ou résidu par calcination (détermination)	»	543	1151	»	»
Matières organiques (dosage) ou indice de permanganate (détermination).	»	545	1152	»	»
Ammoniaque (recherche et dosage).	»	546	1153	»	»
Azote albuminoïde (dosage) . . .	»	547	1153	»	»
Acide azoteux (recherche et dosage).	»	548	1154	»	»
Acide azotique (dosage)	»	549	1155	»	»
Chlore (id.)	»	550	1156	»	»
Acide sulfurique (id).	»	551	1157	»	»
Hydrogène sulfuré (recherche) . .	»	553	»	»	»
Oxyde de fer (recherche et dosage).	»	552	»	»	»
Plomb, cuivre, zinc, arsenic (recherche)	»	553	»	»	»
Chaux (dosage).	»	553	1158	»	»
Magnésie (id.)	»	553	1159	»	»
Alcalinité (détermination)	»	544	»	»	»
Dureté (calcul).	»	554	»	»	»
Ustensiles et récipients :					
Ustensiles en métal.	841 à 844	556 à 560, 566	1162, 1163	»	»
Poteries vernissées ou émaillées .	839, 840	561, 567	1164, 1164bis	»	»
Ustensiles en pierre, en verre, etc.	»	562, 563, 564 567, 568	»	»	»
Objets en caoutchouc.	845	565	1165, 1166	»	»
Matières colorantes pour récipients, emballages, etc.. . . .	»	»	1169, 1170	»	»

DE L'UNIFICATION INTERNATIONALE

DES

MÉTHODES D'ANALYSE DES DENRÉES ALIMENTAIRES

INSTITUTION D'UNE COMMISSION SPÉCIALE

PAR LE Ve CONGRÈS INTERNATIONAL DE CHIMIE APPLIQUÉE

---

1. — L'unification internationale des méthodes d'analyse des denrées alimentaires est une mesure dont on a reconnu depuis longtemps la nécessité, particulièrement pour l'organisation d'une lutte efficace contre la fraude dans le commerce des dites denrées.

Les congrès internationaux de chimie appliquée étaient tout désignés pour s'occuper de cette question.

Déjà le Ier congrès, qui eut lieu à Bruxelles en 1894, adopta le vœu formulé par la section des denrées alimentaires ensuite d'un rapport de M. Herlant (Bruxelles), de voir s'établir entre les principaux laboratoires une entente internationale pour l'échange des documents obtenus par l'étude scientifique des denrées alimentaires.

Des documents pour la rédaction d'un « Codex alimentarius austriacus » furent déposés par MM. Mansfeld et Meissl (Vienne).

Le IIe congrès, tenu à Paris en 1896, sur la proposition de M. Piutti (Naples), recommanda l'élaboration de codes nationaux et puis d'un code international d'analyse des denrées alimentaires.

Au IVe congrès, à Paris, en 1900, M. Chuard (Lausanne), présenta un « Manuel suisse des denrées alimentaires. »

Au Ve congrès, à Berlin, en 1903, la question fut traitée dans diverses séances de la section des denrées alimentaires.

A l'occasion du discours inaugural de M. le président von Buchka (Berlin) sur le développement et l'importance de la chimie des denrées alimentaires au point de vue scientifique et au point de vue pratique, M. Popp (Francfort-sur-le-Mein) rappela l'utilité d'une entente internationale au sujet des méthodes d'analyse des denrées alimentaires. M. le président fit observer que l'on poursuit déjà cette entente pour ce qui concerne certaines denrées faisant l'objet d'un commerce international, comme les sucres.

A l'ordre du jour de la section figurait une communication de M. Parodi (Le Caire) sur un code international des méthodes d'analyse des denrées alimentaires, pour expertises légales. En l'absence du rapporteur, M. André (Bruxelles), après avoir rappelé les précédents relatifs à la question, présenta le vœu de voir les gouvernements des différents pays publier un code des méthodes admises par les chimistes de ces pays pour les analyses de denrées alimentaires et désigner un ou quelques membres pour l'institution d'une commission officielle internationale, qui se réunirait de temps à autre, notamment à l'occasion des congrès de chimie appliquée, pour conférer d'abord de la rédaction d'un code international et ensuite de la revision périodique de ce code.

Des membres de la section ayant exprimé la crainte que certains gouvernements, encore insuffisamment renseignés sur l'utilité de la mesure, missent peu d'empressement à donner suite à ce vœu, on y substitua celui de voir le congrès instituer une commission pour l'étude de la question et la présentation d'un rapport au prochain congrès, qui doit avoir lieu à Rome en 1906. La section signala au bureau du congrès diverses personnes comme pouvant notamment être appelées à faire partie de cette commission, celle-ci devant d'ailleurs avoir la faculté de se compléter par cooptation. Dans la séance plénière de clôture, le congrès adopta ce vœu. La

Commission permanente des congrès internationaux de chimie appliquée (1), chargée de constituer la commission dont il s'agit, a nommé :

Président : M. André, inspecteur général de la fabrication et du commerce des denrées alimentaires au ministère de l'Agriculture, Bruxelles;

Vice-Président : M. le D[r] von Buchka, professeur, conseiller intime du Gouvernement, conseiller référendaire au département des Finances, Berlin;

Membres :

MM. le D[r] Chicote, directeur du laboratoire municipal, Madrid;
Chuard, professeur à l'Université, Lausanne;
Girard, directeur du laboratoire municipal, Paris;
le D[r] Ludwig, conseiller aulique, professeur à l'Université, Vienne;
le D[r] Mastbaum, directeur du laboratoire de l'inspection générale des vins et des huiles, Lisbonne;
le D[r] Minovici, professeur à l'Université, Bucharest;
le D[r] Piutti, professeur à l'Université, Naples;
Schoepp, ancien membre du conseil médical, ancien directeur du laboratoire municipal, Maestricht;
le D[r] Smolensky, Saint-Pétersbourg;
le D[r] Thorpe, directeur du laboratoire du Gouvernement, Londres;
le D[r] Wiley, chef du bureau de chimie au département de l'Agriculture, Washington.

Tous ont accepté ces fonctions.

(1) Composée de MM. Hanuise (président du Congrès de Bruxelles 1894), Lindet, (président du Congrès de Paris 1896), Strohmer (en remplacement de M. von Perger, président du Congrès de Vienne 1898, décédé), Moissan (président du Congrès de Paris 1900), Witt (président du Congrès de Berlin 1903), et du président du Comité d'organisation du Congrès de Rome 1906.

Les membres de la Commission et les spécialistes disposés à collaborer à son œuvre sont priés d'adresser au président ou au vice-président des renseignements sur les procédés suivis dans les divers pays pour l'analyse des denrées alimentaires, ainsi que des études comparatives sur ces procédés.

Ces communications seront imprimées et distribuées successivement, sous forme de contribution à la rédaction du rapport général.

Pour ce qui est des méthodes générales d'analyse, la Commission tiendra compte des décisions de la Commission internationale des analyses instituée à la suite du IVe congrès de chimie appliquée (1). Elle se propose de venir en aide à cette dernière dans l'étude spéciale de la question de l'unification des méthodes d'analyse des denrées alimentaires, comme aussi d'assister la Commission internationale instituée par le VIe congrès d'hygiène et de démographie pour l'étude des mesures à prendre contre la falsification des denrées alimentaires (2).

DOCUMENTS, NOTES ET RENSEIGNEMENTS DIVERS.

LAIT.

Conservation des échantillons destinés à l'analyse : convention internationale.

2. — Au IVe congrès international de chimie appliquée (Paris 1900), la section de chimie agricole, présidée par M. Dehérain (Paris), sur la proposition de M. Rocques (Paris),

---

(1) Président : M. Lunge (Zurich); secrétaire : M. Lindet (Paris); membres : MM. Baucke (Amsterdam), Chesneau (Paris), Christomanos (Athènes), Clarke (Washington), van Ekenstein (Huis-Amsterdam), Ferreira da Silva (Porto), Fresenius (Wiesbaden), von Grueber (Malmö), Klaudy (Vienne), de Laffite (Madrid), Liebermann (Budapest), Piutti (Naples), Soerensen (Copenhague), Thorpe (Londres), Wauters (Bruxelles), Wiley (Washington).

(2) Président : M. Brouardel (Paris); vice-président : M. Hilger (Munich).

a émis le vœu : « Qu'il soit adopté une substance antiseptique pour la conservation des échantillons de lait destinés à l'analyse. ».

Ce vœu a été renvoyé à la Commission internationale des analyses.

BEURRE.

Vérification de sa pureté : convention internationale.

3. — Au I[er] congrès international de chimie appliquée (Bruxelles 1894), la section des denrées alimentaires, présidée par M. Meissl (Vienne), sur le rapport de M. Wauters (Bruxelles), a adopté les conclusions suivantes :

« La détermination des quantités d'eau, de sel, de caséine et de lactose contenues dans le beurre, n'offre aucune difficulté et se fait parfaitement par les procédés analytiques ordinaires. Il est nécessaire, toutefois, d'opérer sur un échantillon moyen bien préparé.

» La recherche des corps gras étrangers peut se faire par les méthodes suivantes, que nous considérons, dans l'état actuel de nos connaissances, comme les plus pratiques et les plus certaines :

» 1° Examen de la manière dont le beurre se comporte à la fusion lente ;

» 2° Détermination du poids spécifique de la matière grasse à 100° ;

» 3° Examen du beurre au réfractomètre, à l'oléoréfractomètre ou au butyroréfractomètre ;

» 4° Examen microscopique du produit, de la matière grasse fondue et du résidu insoluble dans l'éther et dans un alcali ;

» 5° Détermination de la quantité d'acides gras fixes et insolubles dans l'eau, d'après la méthode primitive de Hehner-Angell ;

» 6° Titrage des acides gras volatils, solubles dans l'eau, d'après le procédé Reichert-Meissl;

» 7° Détermination de l'équivalent de saponification. d'après la méthode de Kœttstorfer;

» 8° Détermination de l'indice d'iode, d'après la méthode de Hübl;

» 9° Recherche, au moyen de différents réactifs, des huiles qui peuvent avoir été employées pour la fabrication de l'oléomargarine.

» L'analyse d'un beurre composé exclusivement de margarine ou mélangé d'une notable quantité de ce produit, ne présente aucune difficulté; cette falsification peut être facilement décelée en employant deux ou trois des procédés ci-dessus.

» Lorsqu'un beurre fournira, par une ou plusieurs de ces méthodes, des données anormales qui pourraient faire considérer le produit analysé soit comme un beurre de composition anormale, soit comme un beurre additionné de petites quantités de margarine, la section estime que l'application simultanée de tous les procédés indiqués pourra déterminer, dans la plupart des cas, si le beurre examiné est réellement falsifié. »

CORPS GRAS.

Détermination des points de fusion et de solidification : convention internationale.

4. — Au 1er Congrès international de chimie appliquée (Bruxelles 1894), la section des denrées alimentaires, présidée par M. Meissl (Vienne), a adopté les conclusions suivantes du rapport de M. Spinette (Bruxelles), avec les amendements introduits pendant la discussion :

« 1° La section estime qu'il y a lieu de considérer comme point de fusion d'un corps gras le moment où le produit devient parfaitement limpide;

» 2° La quantité de matière grasse à mettre en expérience doit être aussi minime que possible pour faire disparaître, autant que faire se peut, les phénomènes de surfusion et de viscosité;

» 3° Il y a lieu de se servir, comme bain, de mercure de préférence à tout autre liquide, car le mercure, en vertu de son pouvoir conducteur relativement bon, s'échauffe également partout et communique très exactement sa température à la graisse;

» Dans le cas où l'on ferait usage de bains d'eau, il est recommandé d'employer de l'eau distillée récemment bouillie;

» On évitera, pour les corps gras, l'emploi de supports intermédiaires en verre;

» 4° Il faut élever la température aussi lentement que possible, surtout lorsqu'on arrive aux environs du point de fusion supposé;

» 5° La section conseille d'employer, pour la détermination des points de fusion et de solidification des corps gras, soit l'appareil de M. Zune, soit celui de M. Pohl-Redwood; pour ce qui concerne la technique, celle de ce dernier auteur avec les recommandations suivantes :

» La prise d'essai sera fondue à une température aussi basse que possible; on la laissera refroidir à basse température et on attendra au moins quatre heures avant de faire la détermination. »

FARINES, AMIDONS ET FÉCULES.

Convention internationale.

5. — Au IIe Congrès international de chimie appliquée (Paris 1896), la section des industries agricoles, présidée par M. Lindet (Paris), à la suite d'un rapport de M. Arpin (Paris), a adopté le vœu suivant :

« Dans les analyses de farine, le gluten sera exprimé en gluten sec; la dessiccation s'opérera dans un vase bouché à

l'émeri, pour éviter l'absorption de l'humidité lors de la pesée. »

Le vœu suivant a été adopté sur la proposition de M. Baudry :

« Dans les analyses de fécule ou d'amidon, on ne devra considérer comme fécule ou amidon que les parties solubilisées par l'emploi de l'acide salicylique. »

SUCRES.

Analyse des sucres bruts : convention internationale.

6. — Au Ier Congrès international de chimie appliquée (Bruxelles 1894), la section sucrière, présidée par M. Gallois (Paris), sur le rapport d'une commission composée de MM. Strohmer (Vienne), président, Dupont (Paris), secrétaire-rapporteur, Herzfeld (Berlin), Hanuise (Mons), Sachs (Bruxelles), Vivien (Saint-Quentin), de Puydt (Anvers), Pellet (Paris), Weisberg (Ardres), a adopté les résolutions suivantes :

« 1. Après ouverture du flacon contenant l'échantillon, la couche supérieure de l'épreuve doit être enlevée à l'aide d'une spatule ou d'une cuiller et être jetée. Après cela, tout l'échantillon doit être introduit dans une capsule en porcelaine et être bien mélangé. Ceci se fait à l'aide d'une cuiller avec laquelle on comprime légèrement les grumeaux ; on réintroduira l'échantillon dans le flacon et on procédera immédiatement aux différentes pesées.

» 2. Pour la polarisation il faudra, pour les sucres de 1er jet, peser au moins une fois le poids normal complet ; on dissoudra la quantité pesée dans de l'eau distillée sans chauffer artificiellement et, après clarification, on fera le volume de 100 c.c. à la température ordinaire. Pour les sucres de 2e et 3e jets, on pèsera un multiple de fois le poids normal, avec lequel on fera un égal multiple de fois le volume de 100 c.c.

» On devra vérifier les flacons employés pour la dissolution.

» 3. Pour la clarification et la décoloration, on peut

employer le sous-acétate de plomb préparé avec trois parties d'acétate neutre de plomb en poids, une partie de litharge et dix parties d'eau, la solution concentrée d'alun et l'alumine colloïdale.

» Pour du sucre polarisant plus de 99 p.c., l'alun ou l'alumine colloïdale suffisent ordinairement. Pour les autres sucres, on peut employer le sous-acétate de plomb et l'alun, soit environ 1 c.c. de sous-acétate de plomb et 1 c.c. d'alun par 100 c.c. de dissolution.

» 4. Après avoir exactement fait le volume jusqu'à la marque et après avoir essuyé le col du flacon à l'aide de papier-filtre, on jettera toute la masse sucrée bien agitée et bien clarifiée sur un filtre bien sec et filtrant bien. Les premières portions du filtrat seront jetées et on emploiera à la polarisation le liquide suivant, qui doit être complètement clair.

» 5. Pour la polarisation du sucre brut, on doit exclure les appareils à teinte et n'employer que ceux à pénombre. L'emploi des appareils à pénombre de 440 millim. et à l'échelle fractionnée à grandes divisions est recommandable.

» 6. L'appareil doit avoir une position fixe et stable. La lampe de Hinkx, à triple flamme et à cylindre métallique, lentille et réflecteur, est à conseiller comme source de lumière; elle doit se trouver éloignée d'au moins 17 centim. du polarimètre. Le chimiste doit se convaincre souvent de l'exactitude des tubes d'observation et de l'inactivité optique des verres obturateurs. On ne doit pas employer des verres griffés.

» 7. Si, à la polarisation, le zéro du vernier tombe au milieu d'un dixième de degré, on devra exprimer la valeur par deux décimales dans le certificat; s'il n'en est pas ainsi, on devra inscrire le chiffre de la polarisation avec une décimale, c'est-à-dire avec celle qui s'approche le plus du zéro du vernier.

» 8. Pour le dosage de l'eau, le sucre sera desséché à 100-105° C., jusqu'à poids constant.

» On pèsera au moins cinq grammes de l'échantillon, qu'on séchera pendant deux heures. Du sucre contenant

environ 4 p. c. d'eau doit être séché pendant un temps double. La perte de poids déterminée après refroidissement dans un exsiccateur donne la teneur en eau.

» 9. Dans la détermination de la teneur en cendres, l'incinération doit se faire d'après la méthode de Scheibler avec emploi d'acide sulfurique concentré et pur. Pour l'incinération, on emploiera au moins trois grammes de l'échantillon. On exécutera l'incinération dans des moufles en platine ou en terre réfractaire de Wiesnegg, à la température la plus basse possible (rouge sombre). Quant aux moufles en terre réfractaire, il est à conseiller d'employer des moufles français originaux. Du poids des cendres sulfatées trouvées, on soustrait 10 p. c. et le résultat ainsi corrigé doit être inscrit dans le certificat.

» 10. La détermination du sucre inverti dans les sucres bruts sera faite par la liqueur cupro-potassique avec ou sans ferrocyanure, au choix du chimiste; en cas de désaccord, on opérera d'après la méthode du Dr A. Herzfeld (*Zeitschrift des Vereines für die Rübenzucker Industrie im Deutschen Reiche*, 1886, p. 6 et 7.)

» Si, à la pesée, on trouve moins de 50 milligr. de cuivre (soit 0.05 p. c. de sucre inverti), on indiquera dans le certificat comme teneur en sucre inverti : 0 p. c.

» L'examen qualitatif sur le sucre inverti doit avoir lieu de la même façon que la détermination quantitative. On peut aussi employer la liqueur de Soldaïni.

» 11. Pour l'essai de l'alcalinité des sucres bruts, dans les pays où cette alcalinité est demandée, on doit faire usage du tournesol. »

Analyse commerciale des sucres : convention internationale.

7. — Au IIe Congrès international de chimie appliquée (Paris 1896), la section des analyses officielles et commerciales de matières soumises à l'impôt, présidée par MM. Hor-

sin-Déon (Paris), après un rapport de M. Beaudet (Amiens) et sur la proposition de M. Vivien (Saint-Quentin), a adopté les résolutions suivantes :

« 1° Le saccharose sera dosé directement au saccharimètre, sur une dissolution du poids normal (16.29 gr.) de sucre brut, déféqué au sous-acétate de plomb et jaugé à 100 centimètres cubes métriques;

» 2° Le glucose sera dosé par la liqueur de Fehling sur le liquide déféqué;

» 3° Pour le dosage des cendres, on fera une dissolution de 20 grammes de sucre brut jaugée à 100 centimètres cubes. Filtration. Prélèvement de 20 centimètres cubes du liquide filtré avec toutes les précautions d'usage. Evaporation avec l'appareil de Gunning ou un similaire, c'est-à-dire évaporation de la dissolution par réflexion de la chaleur et non par chauffage direct, pour éviter les projections.

» Lorsque la matière aura l'apparence d'un sirop, ajouter 1 ou 2 centimètres cubes, au maximum, d'acide sulfurique pur. Remettre la capsule ainsi acidulée sur l'appareil d'évaporation, jusqu'à carbonisation; porter au moufle, chauffer fortement pour décomposer les bisulfates. Peser avec les précautions d'usage. »

BOISSONS ALCOOLIQUES DISTILLÉES.

Dosage du fusel : convention internationale.

8. — Au Ier Congrès international de chimie appliquée (Bruxelles 1894), la section des denrées alimentaires, sous la présidence de M. Meissl (Vienne), a adopté les conclusions suivantes du rapport de M. Jorissen (Liége) :

« Les diverses boissons distillées renfermant, outre l'alcool éthylique et l'eau, certains produits qui communiquent à ces boissons leur saveur spéciale, il y a lieu de déterminer, par des méthodes analytiques uniformes, les doses de ces produits existant dans chaque sorte de boisson;

» Pour ce qui concerne la détermination du fusel, spécialement dans les eaux-de-vie de céréales, on fera choix de la méthode de Röse-Stutzer-Reitmair, telle qu'elle est décrite par Sell. »

Une commission a été chargée de réunir les documents nécessaires pour fixer la dose d'impuretés que l'on peut tolérer dans les boissons distillées, ainsi que les documents relatifs aux procédés de dosage des aldéhydes, des éthers, des bases et des autres impuretés.

Au II[e] Congrès international de chimie appliquée (Paris 1896), la section des industries de la fermentation, présidée par M. Durin (Paris), et la section de chimie appliquée à l'hygiène et à l'alimentation, présidée par M. Durand (Paris), sur la proposition de M. Rocques (Paris), ont renouvelé le vœu de voir procéder à l'étude de la question de la dose d'impuretés à admettre pour les diverses sortes d'eaux-de-vie et d'alcools naturels.

9. — Au IV[e] Congrès international de chimie appliquée (Paris 1900), la section de l'industrie chimique des fermentations, présidée par M. Durin (Paris), sur la proposition de M. Lang (Berne), a émis le vœu :

« Que l'on réunisse et examine les méthodes analytiques en usage dans les divers pays pour les eaux-de-vie et liqueurs, et qu'il soit soumis à temps à l'approbation du V[e] Congrès de chimie appliquée un projet imprimé d'accord, en vue de l'analyse et de l'appréciation des eaux-de-vie et liqueurs. »

Sur la proposition de M. Quantin (Le Havre), la section a adopté le vœu suivant :

« Dans l'analyse des eaux-de-vie, le Congrès demande que, en cas d'expertise légale, la petitesse du coefficient d'impuretés ne soit pas, à elle seule, considérée comme une preuve suffisante d'une addition d'alcool d'industrie aux eaux-de-vie naturelles. »

La section a également adopté le vœu suivant du Congrès international des vins et spiritueux :

« Que toutes les douanes adoptent l'alcoomètre centésimal pour la mesure du degré alcoolique;

» Qu'elles s'accordent sur la nomenclature et le dosage des substances dont la présence dans les boissons peut être considérée comme licite, et qu'elles uniformisent les méthodes d'analyse. »

A la section des denrées alimentaires, de l'hygiène, etc., présidée par M. Riche (Paris), sur la proposition de M. Rocques (Paris), on a émis le vœu :

« Que l'on nomme une commission pour présenter au prochain congrès un rapport sur les méthodes à adopter pour l'analyse des alcools et eaux-de-vie. »

Ces vœux ont été renvoyés à la Commission internationale des analyses.

EAUX ALIMENTAIRES.

Convention internationale.

10. — Au Ier Congrès international de chimie appliquée (Bruxelles 1894), la section des denrées alimentaires, présidée par M. Meissl (Vienne), à la suite d'un rapport de M. Malvoz (Liége), a chargé une commission de formuler la technique à suivre dans les analyses bactériologiques.

Au IIe Congrès international de chimie appliquée (Paris 1896), la section de chimie appliquée à l'hygiène et à l'alimentation, présidée par M. Durand (Paris), sur un rapport de M. Lepierre (Coïmbre), a émis le vœu de voir :

« 1° Etudier l'unification des méthodes d'analyse chimique et microbiologique des eaux potables et l'établissement d'un tableau international fixant les limites de potabilité;

» 2° Fixer l'importance, au point de vue de la potabilité, du nombre de colonies microbiennes et de leur qualité, notamment en ce qui concerne la présence du *bacillus coli communis* et des espèces fluorescentes. »

MÉTHODES GÉNÉRALES, INSTRUMENTS ET APPAREILS.

Conventions internationales.

11. — Au Ier Congrès international de chimie appliquée (Bruxelles 1894), la section sucrière, présidée par M. Gallois (Paris), sur la proposition de M. Dupont (Paris), a adopté les résolutions suivantes :

« 1. Le Congrès admet comme unité fondamentale internationale, pour la graduation et le jaugeage des instruments de chimie, le litre métrique et ses subdivisions décimales (1);

» 2. Il émet le vœu que le thermomètre centigrade ou de Celsius soit employé à l'exclusion de tous les autres;

» 3. Une commission internationale composée de membres élus par le Congrès sera chargée de déterminer les conditions de graduation, de vérification et d'emploi des instruments de chimie, notamment des ballons, fioles, burettes, pipettes, densimètres et aréomètres divers. Elle fixera la ou les températures auxquelles ces instruments doivent être gradués. Elle élaborera une table de concordance entre la densité et les différents degrés Baumé, Brix, Balling, Vivien, etc., etc., et une table de concordance des densités et degrés aréométriques, suivant les températures. »

12. — Au IIe Congrès international de chimie appliquée (Paris 1896), la section des analyses officielles et commerciales des matières soumises à l'impôt et des appareils de précision, présidée par M. Horsin-Déon (Paris), a voté les résolutions suivantes, conformément à un rapport de M. Dupont (Paris) et à un projet de règlement élaboré par une commission de la Société des chimistes allemands :

« 1. L'unité de volume est le litre métrique et ses subdivisions décimales;

(1) Le litre métrique est celui qui correspond au volume de 1 décimètre cube tel qu'il est légalement défini, c'est-à-dire qui représente le volume de 1,000 grammes d'eau distillée, pesée dans le vide à la température de + 4° C.

» 2. Le poids spécifique des liquides sera rapporté à l'eau à + 4°C; par conséquent, le densimètre sera gradué de telle façon que, plongé dans de l'eau distillée à la température de 4°C, il affleurera au trait 1,000, ou par abréviation 0;

» 3. Des tables de concordance entre la densité et les différents degrés aréométriques et saccharométriques Baumé, Brix, Balling, Vivien, Brix-Dupont, etc., seront dressées par une commission internationale. Ces tables seront établies pour les températures de 4°, 15°, 20° et 28°C. Des tables de correction seront établies par la même commission pour les températures autres que celles ci-dessus indiquées;

» 4. Toutes les pesées seront réduites au vide d'après les tables déduites des expériences de Regnault;

» 5. La température sera exprimée en degrés de l'échelle du thermomètre centigrade à hydrogène, adopté par le Comité international des poids et mesures.

» On décide de renvoyer à la commission internationale toutes les autres questions qui se rapportent aux conditions de construction, de graduation, de jaugeage, de vérification et de lecture des instruments de chimie. »

13. — La même section, à la suite d'un rapport de M. Delachanal (Paris), a émis le vœu suivant :

« Que chaque gouvernement établisse une boîte de poids-étalons en platine, composée du kilogramme et de ses sous-multiples, 100 gr., 50 gr., 20 gr., 10 gr., 5 gr., 2 gr., 1 gr., et les sous-multiples du gramme.

» Ces étalons en platine serviront à établir tous les poids en laiton ou en cuivre au moyen d'une table de correction dressée pour cet usage. »

14. — A la suite de rapports de MM. Jobin (Paris), Sidersky (Paris) et Courtonne (Bihorel-lez-Rouen), elle a adopté les résolutions suivantes :

« 1. La base de graduation des saccharimètres sera la lame de quartz de 1 millimètre d'épaisseur à 7° C;

» 2. On admet 21°40' ou 21°666 millièmes comme pouvoir rotatoire de la lame de quartz de 1 millimètre, et 66°5 comme pouvoir rotatoire spécifique du sucre cristallisable à la température de 20°C.

» Le poids normal ainsi calculé pour le saccharimètre français en appliquant la formule de M. Berthelot, est de 16 gr. 29. »

15. — Au IVe Congrès international de chimie appliquée (Paris 1900), la section de chimie analytique et des appareils de précision, présidée par M. Müntz (Paris), sur les propositions de MM. Hanriot (Paris), Clarke (Washington) et Fabre (Toulouse), a émis les vœux suivants :

« 1. Le Congrès, espérant que l'adoption du poids atomique de l'oxygène = 16, comme base, conduira à une plus grande fixité et à une simplification dans le calcul des poids atomiques, s'associe aux travaux de la Commission internationale des poids atomiques ;

» 2. On demande la création d'un comité international ayant pour mission d'indiquer aux chimistes les méthodes qui doivent être adoptées et les coefficients qu'ils doivent employer dans les différents calculs qu'ils ont à faire pour les analyses commerciales. »

Ce dernier vœu a provoqué l'institution de la Commission internationale des analyses (1).

(A suivre.)

(1) La composition de cette commission est indiquée page 4, en note.

MÉTHODES GÉNÉRALES, INSTRUMENTS ET APPAREILS.

Conventions internationales (suite).

16. — Au IVe Congrès international de chimie appliquée, la section de chimie analytique et des appareils de précision a pris en considération le vœu suivant proposé par M. Vivier (Melun) :

« Il sera nommé par la Commission internationale des Congrès un comité international chargé d'établir une table des constantes physiques et chimiques, qui pourra être utilisée par les chimistes officiels des Etats adhérents et par les chimistes libres, dans les cas où ils seront appelés comme experts devant une juridiction quelconque.

» Ce comité serait chargé d'établir une table provisoire officieuse de ces constantes et de préparer la table officielle. »

Ce vœu a été renvoyé à la Commission internationale des analyses, en proposant M. Sidersky (Paris) comme rapporteur.

17. — Sur la proposition de M. de Gramont (Paris), la section a émis les vœux suivants :

« Que les indications spectroscopiques données dans les mémoires soient exprimées en longueurs d'onde, ou rapportées à l'échelle et à la dispersion adoptées dans l'atlas des spectres lumineux de M. Lecoq de Boisbaudran ;

» Que toute publication relative à un corps simple nouveau soit accompagnée de la représentation de son spectre de lignes, spectre de dissociation caractéristique de l'élément lui-même et permettant son identification certaine. »

Renvoyé à la Commission internationale des analyses, avec proposition de nommer rapporteur M. Amagat.

18. — La section, sur un rapport de M. Lunge (Zurich), et le Congrès en séance plénière, ont chargé une commission

de désigner aux chimistes : 1° les indicateurs qu'ils doivent choisir de préférence dans les divers essais de l'analyse volumétrique; 2° le mode d'emploi de ces indicateurs. Ce comité aurait surtout à s'occuper des indicateurs employés pour l'acidimétrie et l'alcalimétrie.

Un rapport, fait au nom de cette commission par M. Lunge et inséré dans les Comptes rendus du Congrès (Tome III, p. 465), conclut comme suit :

« Nous recommandons donc aux chimistes industriels de se servir de ces deux indicateurs pour tous les dosages alcalimétriques et acidimétriques du commerce (exception faite des daltonistes et des cas tout spéciaux), à savoir : la phénolphtaléine pour le dosage des acides organiques et le méthylorange pour les acides minéraux et pour les bases hydratées et carbonatées, à l'exception des méthodes spéciales pour les borates, silicates, aluminates et autres, où ces indicateurs ne peuvent pas rendre de bons services. »

19. — M. Sidersky (Paris) a présenté en son nom et au nom de M. Dupont (Paris) une proposition tendant à faire adopter une échelle saccharimétrique unique, dont le poids normal serait 20 grammes de sucre pur en 100 c. c. de solution et dont le point 100° correspondrait à un angle de 26°36.

Cette question a été renvoyée à la Commission internationale des analyses, qui a nommé rapporteur M. Dupont.

J.-B. A.

***

MÉTHODES ADOPTÉES AUX ÉTATS-UNIS.

EXTRAITS DES PUBLICATIONS SUIVANTES (1) :

United States Department of Agriculture :

Office of the Secretary, circular n° 10, November, 20, 1903 : **Standards of purity for food products;**

Bureau of chemistry, bulletin n° 65 : **Provisional methods for the analysis of foods,** adopted by the Association of official agricultural chemists, edited by H. W. Wiley, Secretary, with the collaboration of W. D. Bigelow, Referee on Food Adulteration; 1902;

Division of chemistry, bulletin n° 46, revised edition : **Methods of analysis** adopted by the Association of official agricultural chemists; edited by H. W. Wiley, Secretary; 1899.

20. — *Principles on wich the standards are based.*

Standards are based upon data representing materials produced under american conditions and manufactured by american processes or representing such varieties of foreign articles as are chiefly imported for american use.

The standards fixed are such that a departure of the articles to which they apply, above the maximum or below the minimum limit prescribed, is evidence that such articles are of inferior or abnormal quality.

The limits fixed as standard are not necessarily the extremes authentically recorded for the article in question, because such extremes are commonly due to abnormal conditions of production and are usually accompanied by marks of inferiority or abnormality readily perceived by the producer or manufacturer.

(1) Ces publications nous ont été communiquées par M. Wiley, qui a également eu l'obligeance de nous faire part de modifications apportées ultérieurement au texte descriptif des méthodes.

MEAT AND MEAT PRODUCTS.

21. — *Definitions and standards.*

Meat is any sound, dressed, and properly prepared edible part of animals in good health at the time of slaughter. The term « animals », as herein used, includes not only mammals, but fish, fowl, crustaceans, mollusks, and all other animals used as food.

Fresh meat is meat from animals recently slaughtered or preserved only by refrigeration.

Salted, pickled, and *smoked meats* are unmixed meats preserved by salt, sugar, vinegar, spices, or smoke, singly or in combination, whether in bulk or in packages.

Standard meat, fresh meat, and salted, pickled, and smoked meats are such as conform respectively to the foregoing definitions.

Manufactured meats are meats not included in these definitions, whether simple or mixed, whole or comminuted, in bulk or packages, with or without the addition of salt, sugar, vinegar, spices, smoke, oils, or rendered fat.

Standard manufactured meats conform to the foregoing definition. If they bear names descriptive of composition they correspond thereto and when bearing such descriptive names, if force or flavoring meats are used, the kind and quantity thereof are made known.

22. — *Identification of species.*

The percentage of glycogen, added to the percentage of reducing sugar, is often of value in detecting horse meat in preparations which are supposed to consist of beef.

Certain results obtained in the examination of fat separated from the meat by heat or by extraction with organic solvents also afford valuable data. Among the factors which are of value for this purpose may be mentioned the iodin number,

melting point, freezing point, index of refraction, and to a less extent the specific gravity, acetyl number, and Maumené value.

The meat from embryonic animals and from animals killed before they are suitable for food may often be detected by its moist, clammy nature and high water content.

23. — *Examination of poisonous meat and other foods.*

The ordinary foods of man are liable to become poisonous from either of the three causes : trichinæ in pork, metals, and bacterial products.

The poisonous metals arsenic, antimony, tin, lead, copper, and zinc are to be considered.

For the determination of heavy metals, proceed as directed under Canned vegetables.

24. — *Determination of water.*

Dry to constant weight about 2 grams of the macerated sample, in a tared flatbottomed dish at the temperature of boiling water.

Dissolve the pasty preparations in water and dry with sufficient ignited asbestos or pumice stone to absorb the solution.

25. — *Determination of ash.*

Ignite the residue from the determination of water to low redness as long as smoke or inflammable gases are given off. Exhaust the charred mass with 5 or 10 cc of water, transfer to a filter, and wash with hot water till the greater part of the soluble salts are removed. Transfer filter paper and contents to the original dish and ignite at bright red heat till combustion is complete (a white ash can rarely be obtained). Transfer the soluble portion to the dish, add a few drops of ammonium-carbonate solution, evaporate to dryness, heat for

a moment in a free flame to very low redness, cool in a desiccator and weigh.

In case of pasty preparations, add sufficient water to effect solution and evaporate to dryness in order that the solids may be distributed evenly over the bottom of the dish.

26. — *Determination of ether extract.*

A complete extraction can be obtained only after digesting the proteids and muscular tissue with pepsin and extracting again with an organic solvent.

Voit extracts first with alcohol, to remove the last traces of water, and then with ether in a continuous extractor. This process leaves very little fat in the sample.

Comparative results which are satisfactory in all ordinary examinations of meat may be obtained by extracting 2 grams of the dried, finely divided sample with ether for 16 hours in a continuous extractor.

Fat may be determined by extracting the ether extract with low boiling-point petroleum ether.

27. — *Determination of nitrogenous substances.*

a) *Total nitrogen.* — Employ either the Kjeldahl or the Gunning method, using about 2 grams of the sample. The digestion with sulphuric acid should be continued at least 4 hours.

b) *Coagulated proteids and meat fiber.* — Thoroughly exhaust 2 grams of the sample with cold water after extraction with ether, filter, and determine nitrogen in the insoluble residue. Multiply by 6.25.

c) *Connective tissue.* — Extract 10 grams of the sample with cold water, then boil the exhausted residue repeatedly with about 100 cc of water until the total extract amounts to about 1 liter. Filter the extract, concentrate by evaporation, and determine the nitrogen content. Multiply by 5.55.

d) *Coagulable proteids.* — Almost neutralize the filtrate from the coagulated proteids, leaving it still faintly acid, boil until the globulins are coagulated, filter, wash, transfer the filter paper and contents to a Kjeldahl flask, and determine nitrogen. Multiply by 6.25.

e) *Syntonin.* — Exactly neutralize the filtrate from the determination of coagulable proteids with sodium hydroxid, using litmus as indicator, and allow to stand until the precipitate settles. Filter, wash, and determine nitrogen. Multiply by 6.25.

f) *Proteoses, peptones, gelatin and gelatin peptone.* — *First method.* — Evaporate the filtrate from the globulins to small volume, add 2 or 3 drops of 1-3 sulphuric acid, and saturate with powdered zinc sulphate, filter, and wash.

Acidulate the filtrate with 2 or 3 drops of strong hydrochloric acid, dilute with an equal volum of water, add about 2 cc of liquid bromin, and shake the contents of the flask vigorously. If the bromin be all taken up, add more until about 0.5 cc of liquid bromin is left undissolved and the supernatant liquid thoroughly saturated. Allow the mixture to stand over night, decant the supernatant liquid through a filter paper, and wash with water, so directing the jet that the globule of bromin is stirred up and saturates the wash water. Return the filter paper and precipitate to the flask, add the zinc sulphate precipitate and filter paper containing it, and determine the nitrogen. Multiply by 6.25.

Second method. — Heat the filtrate from albumen and globulins, add a slight excess of tannic acid and a few drops of a saturated solution of alum, allow to cool, filter, and wash with cold water. Heat the filtrate from the tannic-acid precipitate almost to boiling, add an excess of phospho-tungstic acid, separate the precipitated proteids by filtration and wash with hot water, being careful that the temperature of the solution and wash water shall not be less than 90° C. at any time.

Transfer the filter papers containing the tannic acid and phospho-tungstic acid precipitates to a Kjeldahl flask and determine nitrogen. Multiply by 6.25.

g) *Proteoses, gelatin and gelatin peptone.* — Evaporate the filtrate from the determination of syntonin to a small volume and saturate with zinc sulphate. Let stand several hours, filter, and wash the precipitate with saturated zinc sulphate.

h) *Peptones.* — Dilute the filtrate from the zinc-sulphate precipitate of proteoses and gelatin with an equal volume of water, add bromin until a globule of from 0.5 cc to 1 cc remains undissolved after the liquid is saturated, and allow to stand over night. Filter, wash with cold water, directing the jet to the globule of bromin so as to keep the wash water saturated.

i) *Gelatin and gelatin peptone.* — Boil 10 grams of the sample for a few minutes with water; filter, wash, and evaporate the filtrate to dryness, after the addition of about 20 grams of sand. Exhaust the residue with four 100-cc portions of absolute alcohol, and pass the supernatant liquid through an asbestus filter in a funnel. Then extract the residue repeatedly with 100-cc portions of a mixture containing 100 cc of 95 per cent alcohol, 300 grams of ice, and 600 grams of cold water, taking care that the temperature shall not exceed 5° C. at any time. Filter the extract through the funnel employed for the alcohol extract. Finally, return the asbestus filter to the beaker which contains the exhausted residue and thoroughly extract the whole with boiling water. Receive the hot-water extract in a Kjeldahl flask, determine nitrogen, and multiply by 5.55.

j) *Meat bases.* — Deduct from the total nitrogen the sum of the nitrogen obtained in the special determinations. Multiply the result by 3.12.

28. — *Determination of starch (for chopped meat, sausage, deviled meat, etc.).*

a) *Qualitative determination.* — Treat 5 or 6 grams of the sample with boiling water for two or three minutes; cool

the mixture, and test the supernatant liquid with iodin solution.

The above qualitative method may be replaced by a microscopic examination.

b) *Quantitative determination.* — *1*) *Ambühl's method.* — Thoroughly macerate 2 grams of the meat under examination with fifty times its weight of water. Boil for thirty minutes and dilute to 100 cc for every gram of meat employed. Cool an aliquot portion of the liquid, treat with iodin, and compare the depth of color with solutions containing a known amount of the same kind of starch, and boiled for the same length of time.

2) *Mayrhofer's method, modified by Bigelow.* — Treat from 10 to 20 grams of the sample under examination with 50 cc of an 8 per cent solution of potassium hydroxid and heat the mixture on the water bath until the meat is entirely dissolved. Add an equal volume of 95 per cent (by volume) alcohol, mix thoroughly, filter the mixture through an asbestus filter and wash twice with a hot 4 per cent solution of potassium hydroxid in 50 per cent alcohol. Then wash with 50 per cent alcohol until a small portion of the filtrate does not become turbid upon the addition of acid. Return the precipitate and filter to the original vessel and dissolve the precipitate, with the aid of heat, in 60 cc of a normal solution of potassium hydroxid. Acidify the filtrate strongly with acetic acid, dilute to a definite volume, thoroughly mix by shaking, filter through a fluted filter, and precipitate the starch from an aliquot part of the filtrate by means of an equal volume of 95 per cent alcohol. Transfer the precipitate to a filter, thoroughly wash with 50 per cent alcohol, with absolute alcohol, and finally with ether, dry at the temperature of boiling water, and weigh.

29. — *Determination of glycogen.*

This determination as a means to detect the presence of horse meat, is of limited value because of the fact that glyco-

gen begins to disappear soon after the death of the animal and may entirely disappear after a short lapse of time.

a) *Qualitative method.* — Boil 50 grams of the sample with 50 cc of water for from fifteen to thirty minutes. Filter the broth through a moistened filter paper or piece of fine linen. To a portion of the filtrate add a few drops of a reagent composed of 2 parts iodin, 4 parts potassium iodid, and 100 parts water. In the presence of a large percentage of horse meat the glycogen contained produces a dark brown color, which is destroyed by heating and reappears on cooling. When starch is present it may be precipitated by two volumes of glacial acetic acid.

b) *Quantitative method.* — Digest 50 grams of finely macerated meat with 200 cc of 2 per cent potassium hydroxid until solution is practically complete. Cool the solution, dilute with water to exactly 200 cc, shake and filter. Treat 100 cc of the filtrate with 10 grams of potassium iodid and 1 gram of potassium hydroxid and stir until solution is complete. Add 50 cc of 96 per cent alcohol, and allow to stand until the following day. Then separate the precipitated glycogen by filtration, and wash with a solution containing 1 cc of 73 per cent potassium hydroxid, 10 grams of potassium iodid, 100 cc of water, and 50 cc of 96 per cent alcohol. Wash the glycogen with a mixture of two volumes of 96 per cent alcohol and one volume of water containing about 7 mg of sodium chlorid per liter, dissolve in water, and remove the remaining traces of proteids by the addition of double iodid of mercury and potassium.

Add about 2 mg of sodium chlorid per 100 cc of water, precipitate the glycogen again by means of two volumes of 96 per cent alcohol, filter, wash with 90 per cent alcohol, containing about 7 mg of sodium chlorid per liter, then with absolute alcohol, finally with ether, dry and weigh.

30. — *Determination of reducing sugar.*

Boil 100 grams for fifteen or twenty minutes in a 500-cc graduated flask with water. Add lead acetate, cool to room temperature, make up to mark with water, and filter through a fluted filter. Evaporate to a small volume as large an aliquot portion of the filtrate as possible, add a saturated solution of sodium sulphate, make up to a definite volume, and filter through a fluted filter. Determine sugar in an aliquot portion of the filtrate by the Allihn method. (See Saccharine products.)

31. — *Determination of potassium nitrate.*

a) *Method of Schlösing-Wagner.* — One hundred grams are extracted by boiling repeatedly with successive small volumes of water, the aqueous solution is concentrated to a small volume, transferred to the funnel, and, with continued boiling, allowed to pass, drop by drop, into the flask.

b) *Phenol-sulphonic acid method.* — This method is the one ordinarily employed for determining potassium nitrate in water.

Weigh 1 gram of the sample into a 100-cc flask, add from 20 to 30 cc of water, and heat on the water bath for fifteen or twenty minutes, shaking occasionally. Add 3 cc of a saturated solution of silver sulphate for each per cent of sodium chlorid present, then add 10 cc of lead subacetate and 5 cc of alumina cream, shaking after each addition. Make up to mark with water, and filter through a fluted filter, returning the filtrate to the filter until it runs clear.

32. — *Detection of preservatives.*

a) *Borax and boric acid.* — If present in noticeable amounts, boric acid may be detected in meat products by

heating 20 grams of the sample a few minutes in about 100 cc water acidified with 6 or 8 cc of concentrated hydrochloric acid and testing with turmeric paper. If no action is obtained by this method, about 20 grams of the sample should be made alkaline with calcium hydroxid, ignited, and the ash tested.

b) *Sulphurous acid.* — The distillation method for the detection of sulphurous acid will answer for the examination of meat, but mere traces should be ignored.

The microscopic examination of meat that has been preserved with sodium or calcium sulphite often discloses the presence of crystals of sodium or calcium sulphate, due to partial oxidation of the sulphite.

In the absence of chlorids and nitrates, place the sample of meat on potassium iodate paper and moisten it with dilute sulphuric acid (1:8) free from oxids of nitrogen : in the presence of even minute traces of sulphites a deep-blue color is immediately formed, while in the absence of sulphites only a faint-blue color is produced, and that after a considerable time.

33. — *Detection of coloring matter.*

The coloring matter may often be extracted by heating for 15 or 20 minutes with 50 per cent alcohol, 50 per cent glycerin slightly acidified, a mixture of alcohol and glycerin, ammonium hydroxid, or a 5 per cent solution of sodium salicylate in water.

In case the filtered extract by any of these methods is colored red or deep yellow, it should be evaporated nearly to dryness, slightly acidified with hydrochloric acid, and boiled a few minutes after the addition of a thread of fat free wool. If the wool is dyed, it may be examined as directed on Coloring matter. If the wool is not dyed, the solution is examined spectroscopically.

If too dilute, the solution may often be concentrated by precipitating the coloring matter as a lake , allowing it to

settle, decanting off the water, dissolving in hydrochloric acid and making alkaline with ammonia.

In extracting with 50 per cent alcohol, the proteids of the meat are coagulated, with the formation of a pale, almost white, color. If the meat is not discolored during this extraction, it is probable that some foreign color is present.

Marpmann examines sausages microscopically for the presence of coloring matter after dehydrating with alcohol and xylol consecutively, removing the xylol with carbon tetrachlorid, and immersing in cedar oil until the natural colors of the meat have disappeared.

EDIBLE OILS AND FATS.

34. — *Definitions and standards.*

Lard is the rendered fresh fat from slaughtered, healthy hogs.

Leaf lard is the lard rendered at moderately high temperatures from the internal fat of the abdomen of the hog, excluding that adherent to the intestines.

Standard lard and *standard leaf lard* are lard and leaf lard respectively, free from rancidity, containing not more than one per cent of substances, other than fatty acids, not fat, necessarily incorporated therewith in the process of rendering, and standard leaf lard has an iodine number not greater than sixty.

Neutral lard is lard rendered at low temperatures.

35. — *Determination of specific gravity.*

a) *Determination at 15.5° C.* — Determine the specific gravity of oils at 15 5° C. by the use of a pycnometer, Westphal balance, or accurately graduated hydrometer.

b) *Determination at the temperature of boiling water.* — Use a small specific gravity flask of from 25 to 30 cc capacity.

The flask is to be thoroughly washed with hot water, alcohol, and ether, and then dried. After cooling in a desiccator the weight of the flask and stopper is accurately determined.

The flask is filled with freshly boiled and still hot distilled water and placed in a bath of pure distilled water. The water of the bath is kept in brisk ebullition for thirty minutes, any evaporation from the flask being replaced by the addition of boiling distilled water. The stopper, previously heated to 100°, is then inserted, the flask removed, wiped dry, and after it has nearly cooled to room temperature placed in the balance, and weighed when balance temperature is reached.

The flask is rinsed with alcohol and ether, and dried for a few minutes at the temperature of boiling water. It is filled with the dry, hot, fresh-filtered fat, which should be entirely free from air bubbles, replaced in the water bath, and kept for thirty minutes at the temperature of boiling water. The stopper is inserted, the flask placed in the balance and weighed, as above.

The weight of fat having been determined, the specific gravity is obtained by dividing it by the weight of water previously found.

36. — *Determination of index of refraction.*

Determine the index of refraction with any standard instrument, oils being read at 15.5° C. and fats at 40° C.

a) *Abbe's refractometer.* — Later and improved model, in which arrangements are made for controlling the temperature.

b) *Zeiss butyro-refractometer.* — See description by manufacturer.

37. — *Determination of iodin absorption, Hübl's method.*

Weigh about 1 gram of fat or 0.500 gram of oil on a small watch crystal or by other suitable means. The fat is first

melted, mixed thoroughly, poured onto the crystal and allowed to cool. Introduce the watch crystal into a wide-mouth 16-ounce bottle with ground-glass stopper.

The fat or oil in the bottle is dissolved in 10 cc of chloroform. After complete solution has taken place, 30 cc of the iodin solution are added in the case of fats, or from 40 to 50 cc in the case of oils. Place the bottle in a dark place and allow to stand, with occasional shaking, for three hours. The excess of iodin should be at least as much as is absorbed.

Add 20 cc of potassium iodid solution, and then 100 cc of distilled water to the contents of the bottle. Titrate the excess of iodin with decinormal sodium thiosulfate solution.

At the time of adding the iodin solution to the fat, two bottles of the same size as those used for the determination should be employed for conducting the operation described above, but without the presence of any fat.

Example :

Weight of fat taken.	grams	1.0479
Quantity of iodin solution used,	cubic centimeters	40.0
Thiosulfate equivalent to iodin used (mean)	do	62.1
Thiosulfate equivalent to remaining iodin	do	30.2
Thiosulfate equivalent to iodin absorbed	do	31.9

Per cent of iodin absorbed, 31.9×0.0127×100 : 1.0479=37.75.

38. — *Determination of saponification number and soluble and insoluble acids.*

In a wide-mouth Erlenmeyer flask holding from 250 to 300 cc about 5 grams of the melted fat, which has been filtered, is run and weighed after cooling.

Koetstorfer or saponification number. — Measure 50 cc of alcoholic potash solution (40 grams of good potassium hydroxid in 1 liter of 95 per cent redistilled alcohol) into the flask. Connect the flask with a reflux condenser and boil for thirty minutes, when the fat is completely saponified. Cool the flask

and titrate with half-normal hydrochloric acid, using phenolphthalein as indicator. The Koetstorfer number (milligrams of potassium hydroxid required to saponify 1 gram of fat) is obtained by subtracting the number of cubic centimeters of hydrochloric acid used to neutralize the excess of alkali after saponification from number of cubic centimeters necessary to neutralize the 50 cc of alkali added, multiplying the result by 28.06 (mg. potassium hydroxid per cubic centimeter) and dividing by the number of grams of fat used.

Soluble acids. — Place the flask on a water bath and evaporate the alcohol. Add such an amount of half-normal hydrochloric acid that its volume plus the amount used in titrating for the saponification number will be 1 cubic centimeter in excess of the amount required to neutralize the 50 cc of alcoholic potash added. Connect the flask with a condensing tube and place it on the steam bath until the separated fatty acids form a clear stratum on the upper surface of the liquid. Fill the flask to the neck with hot water and cool it in ice water until the cake of fatty acids is thoroughly hardened. Pour the liquid contents of the flask through a dry weighed filter into a liter flask. Fill the flask again with hot water, set on steam bath until the fatty acids collect at the surface, cool by immersing in ice water, and filter the liquid again into the liter flask. Repeat this treatment with hot water, followed by cooling and filtration of the wash water three times, collecting the washings in the liter flask, and titrate with deci-normal alkali, using phenolphthalein as indicator. The number of cubic centimeters of deci-normal alkali used in this titration diminished by 5 (corresponding to the excess of 1 cc of half-normal acid) and multiplied by 0.0088 gives the weight of butyric acid in the amount of fat saponified.

Insoluble acids or Hehner number. — Allow the flask containing the cake of insoluble acids and the filter paper through which the soluble acids have been filtered to drain and dry fort twelve hours in the air. Transfer the filter paper to the flask and dry the flask and contents for three hours in a water-

jacketed oven, cool, and weigh. Then dry for another two hours, cool, and weigh. If there be any considerable decrease in weight, repeat the drying.

39. — *Determination of free fatty acids.*

Weigh 20 grams of fat or oil into a flask, add 50 cc of 95 per cent alcohol and heat to boiling point. Agitate. Titrate with deci-normal alkali.

Express results either as percentage of oleic acid, as acid degree (cubic centimeters of normal alkali required to neutralize the free acids in 100 grams of oil or fat), or as acid value (milligrams of potassium hydroxid required to saturate the free acids in 1 gram of fat or oil).

1 cc deci-normal alkali = 0.0282 grams oleic acid.

40. — *Determination of volatile acids or Reichert-Meissl number.*

Ordinary methods. — The fat to be examined should be melted and kept in a dry, warm place at about 60° for two or three hours, until the water and curd have entirely deposited. The clear, supernatant fat is poured off and filtered through a dry filter paper in a jacketed funnel containing boiling water.

The saponification flasks are prepared by thoroughly washing with water, alcohol, and ether. The weight of the flasks having been accurately determined, they are charged with 5.75 cc of the melted fat.

Ten cc of 95 per cent alcohol are added to the fat in the flask, and then 2 cc of caustic-soda solution (100 gr. in 100 cc of distilled water). A soft cork stopper is inserted in the flask and tied down. The saponification is then completed by placing the flask upon the water or steam bath. The flask should be gently rotated from time to time. At the end of an

hour the flask, after having been cooled to near the room temperature, is opened. (*Method 1.*)

The saponification may be conducted the flask being connected with a reflux condenser. (*Method 2.*)

To avoid the danger of loss from the formation of ethers, and the trouble of removing the alcohol after saponification, the fat may be saponified with a solution of caustic potash (100 gr. in 58 gr. of hot distilled water) in a closed flask without using alcohol.

Potash is used, instead of soda, so as to form a softer soap, and thus allow a more perfect saponification.

The saponification may also be conducted as fallows : The alkali and fat in the melted state are shaken vigorously in the saponification flask until a complete emulsion is secured. (*Method 3.*)

When method *1* has been used for sponification, the alcohol is removed by dipping the flask into a steam bath.

After the removal of the alcohol, the soap should be dissolved by adding 135 cc of recently boiled distilled water, or 132 cc when method *2* has been used for saponification, warming on the steam bath.

When the soap solution has cooled to about 60° or 70°, the fatty acids are separated by adding 5 cc of the dilute sulphuric acid solution (200 cc of strongest sulphuric acid in 1,000 cc of water), or 8 cc. when method *2* has been used for saponification.

The flasch should now be restoppered and the fatty acid emulsion melted by replacing the flask on the steam bath.

After the fatty acids are completely melted, the flask is cooled to room temperature, and a few pieces of pumice stone added.

The flask is connected with a glass condenser, slowly heated with a naked flame until ebullition begins, and then the distillation continued by regulating the flame in such a way as to collect 110 cc of the distillate in, as nearly as possible, thirty minutes.

The 110 cc of distillate are filtered through perfectly dry filter paper, 100 cc. of the filtered distillate poured into a beaker holding from 200 to 250 cc, 0.5 cc phenolphthalein solution added, and decinormal barium hydrate fun in until a red color is produced.

The number of cubic centimeters of decinormal barium hydroxid required should be increased by one-tenth.

Leffmann-Beam method. — About 5 grams of fat are placed in a flask and 20 cc of glycerol-soda solution (20 cc of a 50 p. c. solution of sodium hydroxid and 180 cc of pure concentrated glycerol) are added. The flask is heated until complete saponification takes place, as evidenced by the mixture becoming perfectly clear, the whole operation requiring less than five minutes. The soap is dissolved in 135 cc of water, preferably previously boiled, the water being added at first drop by drop to prevent foaming; 5 cc of the dilute sulphuric acid are added, and the distillation is begun at once without previous melting of the free fatty acids.

41. — *Estimation of liquid and solid fatty acids.*

Weigh 5 grams, saponify, precipitate with lead acetate, and extract with ether. Filter the ether solution and decompose the soap by shaking with 40 cc of a 1 : 5 solution of hydrochlorie acid. The lead chlorid is drawn off from the ether solution and the ether washed free from acid. An aliquot of this ether solution is evaporated in an atmosphere of carbon dioxid, and weighed to determine the per cent of liquid acids.

Wash the insoluble soap, decompose with hydrochloric acid, and heat until the fatty acids are melted. Fill the flask with hot water, cool, pour off the water, and wasch again. Dissolve in hot 95 per cent alcohol, transfer to weighed dish; remove the alcohol by evaporation, dry, weigh, and calculate the percentage of solid fatty acids.

42. — *Determination of acetyl value.*

Boil the oil or fat with an equal volume of acetic anhydrid for two hours and pour the mixture into a large beaker containing 500 cc of water and boil for half an hour. A slow current of carbonic acid is passed into the liquid. Allow the mixture to separate into two layers, siphon off the water, and boil the oily layer with fresh water until it is no longer acid to litmus paper.

The acetylated fat is then separated from the water and dried, and filtered in a drying oven. .

Weigh from 2 to 4 grams of the acetylated fats into a flask and saponify with alcoholic potash. Evaporate the alcohol and dissolve the soap in water.

Now two procedures are possible : either distillation or filtration.

Distillation process. — Acidify with dilute sulphuric acid (1-10) and distill the liquid. As several hundred cubic centimeters must be distilled, either a current of steam is run through or portions of water are added from time to time. From 500 to 700 cc of distillate will be found to be sufficient. Filter the distillates and titrate the filtrate with deci-normal potassium hydroxid, using phenolphthalein as indicator. Multiply the number of cubic centimers of alkali employed by 5.61 and divide by the weight of substance taken. This gives the acetyl value.

Filtration process. — Add to the soap solution a quantity of standard sulphuric acid exactly corresponding to the amount of alcoholic potash added, warm gently, and the free fatty acids will collect on top.

Filter off the liberated fatty acids, wash with boiling water until te washings are no longer acid, and titrate the filtrate with deci-normal potassium hydroxid, using phenolphthalein as indicator. Calculate the acetyl value.

43. — *Determination of phytosterol and cholesterol.*

Boil 50 grams of fat or oil in a flask with reflux condenser with 75 cc of 95 per cent alcohol for five minutes and separate alcoholic solution. Repeat with another portion of alcohol and separate. Mix the alcoholic solution with 15 cc of 30 per cent sodium hydroxid and boil in a flask with a condensation tube until one-fourth of the alcohol is evaporated. Evaporate nearly to dryness in porcelain dish and shake the residue with ether. The ethereal solution is evaporated to dryness, taken up with a little ether, filtered, again evaporated, dissolved in hot 95 per cent alcohol and allowed to crystallize.

Cholesterol can easily be distinguished from phytosterol by the form and grouping of the crystals; also by the melting point, which is 146° C., while that of phytosterol is from 130° tot 137.5° C.

Phytosterol is found in most vegetable oils, with the notable exception of olive and palm oil. The crystals as separated from hot alcohol appear in tufts of needles.

Cholesterol is characteristic of animal fats. It crystallizes in thin rhombic tables.

44. — *Determination of the unsaponifiable residue.*

Saponify 5 grams with alcoholic potassium hydroxid and remove the alcohol by evaporation. Wash into separatory funnel with from 70 to 100 cc of water and extract with from 50 to 60 cc of ether. Separate the water solution and wash the ether with water containing a few drops of sodium hydroxid. Again extract the soap solution and washings with ether and evaporate the combined extracts to dryness. Transfer to a weighed dish and dry as quickly as possible.

45. — *Determination of melting points of fats — Wiley's method.*

The melted and filtered fat is allowed to fall from a dropping tube from a height of from 15 to 20 cm on a smooth piece of ice floating in distilled water that has been recently boiled. The disks thus formed are from 1 to 1.5 cm in diameter, and weigh about 200 mg. By pressing the ice under the water the disks are made to float on the surface, whence they are easily removed with a steel spatula, which should be cooled in the ice water before using.

The disks must be allowed to stand for two or three hours in order to obtain the normal melting point.

A test tube 30 cm long and 3.5 cm in diameter containing alcohol and water (mixture of alcohol and water of the same specific gravity as the fat to be examined, done by boiling distilled water and 95 per cent alcohol for ten minutes to remove the gases which they may hold in solution) is placed in a tall beaker 35 cm high and 10 cm in diameter, containing water and ice, until cold. The disk of fat is then dropped into the tube from the spatula, and at once sinks until it reaches a part of the tube where the density of the alcohol-water is exactly equivalent to its own. Here it remains at rest.

A delicate thermometer is placed in the test tube and lowered until the bulb is just above the disk. In order to secure an even temperature in all parts of the alcohol mixture in the vicinity of the disk, the thermometer is moved from time to time in a circularly pendulous manner.

The disk having been placed in position, the water in the beaker is slowly heated and kept constantly stirred by means of a blowing apparatus.

When the temperature of the alcohol-water mixture rises to about 6° C. below the melting point, the disk of fat begins to shrivel and gradually rolls up into an irregular mass.

The thermometer is now lowered until the fat particle is even with the center of the bulb. The bulb of the thermometer

should be small, so as to indicate only the temperature of the mixture near the fat. A gentle rotary movement should be given to the thermometer bulb. The rise of temperature should be so regulated that the last 2° C. of the increment require about ten minutes. The mass of fat gradually approaches the form of a sphere, and, when it is sensibly so, the reading of the thermometer is to be made. As soon as the temperature is taken the tube is removed from the bath and placed again in the cooler. A second tube, containing alcohol and water, is at once placed in the bath. The test tube (ice water having been used as a cooler) is of low enough temperature to cool the bath sufficiently. After the first determination, which should be only a trial; the temperature of the bath should be so regulated as to reach a maximum of about 1.5° above the melting point of the fat under examination.

Triplicate determinations should be made, and the second and third results should show a near agreement.

46. — *Determination of melting point of fatty acids.*

Draw up the melted fatty acid into a capillary tube. Seal one end of the tube and allow the fatty acid to cool on ice. Then attach to the bulb of a thermometer, immerse in a beaker of water, and warm up very slowly. The point where the acid becomes transparent is taken as the melting point.

47. — *Determination of Maumené number.*

A beaker, 5 inches by 1 1/2 inches, is placed inside of another 6 inches by 3 inches, and a mixture of asbestos and plaster packed around the inner beaker.

Remove the inner beaker, weigh into it 50 grams of fat, and note the temperature carefully. Add 10 cc of the strongest sulphuric acid which is at the same temperature as the oil.

While the acid is being introduced, stir the oil and acid with an accurate thermometer. Then hold the thermometer

bulb carefully in the center of the mixture, and when the mercury reaches the highest point note the reading.

The difference between the initial reading and the final reading, expressed in degrees centigrade, gives the Maumené number.

48. — *Determination of resin oil.*

Take the pure oil or a definite dilution with petroleum ether and polarize in a 200 mm tube.

Resin oil has a polarization of from + 30 to + 40 on the sugar scale (Schmidt and Haensch) in a 200 mm tube, while other oils read between 1° + and — 1°.

49. — *Halphen reaction for cotton-seed oil.*

Carbon disulphid, containing about 1 per cent of sulphur in solution, is mixed with an equal volume of amyl alcohol. Mix equal volumes of this reagent and the oil under examination and heat from one to two hours in a bath of boiling brine. In the presence of as little as 1 per cent of cotton-seed oil, an orange or red color is produced.

Lard and lard oil from animals fed on cotton-seed meal will give a faint reaction; also the fatty acids.

Oils which have been heated to 200° to 210° C. react with greatly diminished intensity. Heating ten minutes at 250° renders cotton-seed oil incapable of giving reaction.

50. — *Bechi or silver nitrate test for cotton-seed oil.*

Dissolve 2 grams of silver nitrate in 200 cc of 95 per cent alcohol and 40 cc of ether, adding 1 drop of nitric acid.

Mix 10 cc of oil or melted fat, 5 cc of reagent, and 10 cc of amyl alcohol. Divide, heat one-half in a boiling water bath for ten minutes, and then compare with portion not heated. Any blackening due to reduced silver shows presence of cotton-seed oil.

The oils or fats should be purified before testing : heat from 20 to 30 grams on water bath for a few minutes with the addition of 25 cc of 95 per cent alcohol, shake thoroughly, decant as much of the alcohol as possible, and wash with 2 per cent nitric acid, and finally with water.

51. — *Renard's test for peanut oil as modified by Tolman.*

Weigh 20 grams of oil into an Erlenmeyer flask. Saponify with alcoholic potash, neutralize exactly with dilute acetic acid, and wash into a flask containing a boiling mixture of 800 cc of water, and 240 cc of a 10 per cent lead acetate solution. Boil for a minute, and then cool the precipitated soap by immersing the flask in water, occasionally giving the flask a whirling motion to cause the soap to stick to the sides of the flask. After the soap has cooled, the water and excess of lead can be poured off, and the soap washed with cold water and with 90 per cent alcohol. Now add 250 cc of ether, cork the flask, and allow to stand for some time until the soap is disintegrated, then heat on the water bath, using a reflux condenser, and boil for about five minutes. In the oils most of the soap will be dissolved, while in lards, where there is so much stearin, part will be left undissolved. Cool the ether solution of soap down to from 15° to 17° C., and allow to stand until all the insoluble soaps have crystallized out.

Now, filter and wash the precipitate with ether.

The soaps on the filter are washed back into the flask by means of a stream of hot water acidified with hydrochloric acid.

Add an excess of dilute hydrochloric acid, fill up te flask with hot water, allow the free fatty acids to harden and separate from the precipitated lead chlorid, wash, drain, and dissolve the fatty acids in 100 cc of boiling 90 per cent alcohol. The crystals of arachidic acid separate out as the liquid cools. Filter, wash the precipitate twice with 40 cc of 90 per

cent alcohol, and then with alcohol of 70 per cent. Dissolve off the filter with boiling absolute alcohol, evaporate, dry and weigh. Add to this weight 0.0025 gram for each 10 cc of 90 per cent alcohol used in the crystallization and washing if done at 15° C., if done at 20°, 0.0045 gram for each 10 cc.

The melting point of arachidic acid obtained in this way is between 71° and 72° C. Twenty times the weight of arachidic acid will give the approximate amount of peanut oil present.

52. — *Test for sesame oil.*

Before the test is made, the sample must be purified in the following manner : 25 cc. are placed in a flask and 25 cc of 95 per cent alcohol added. This is placed on a steam bath und heated for sometime with occasional shaking. The oil is then allowed to separate.

Baudouin test. — Dissolve 0.1 gram of finely powdered sugar in 10 cc of hydrochloric acid (sp. gr. 1.20), add 20 cc of the oil, shake thoroughly for a minute and allow to stand. The aqueous solution separates almost at once. In the presence of even a very small admixture of sesame oil, this is colored crimson.

Some olive oils give a slight pink coloration with this reagent, but they are not hard to distinguish if comparative tests with sesame oil are made.

Villavecchia test. — Mix 2 grams of furfurol with 100 cc alcohol, and take 0.1 cc of this solution, 10 cc hydrochloric acid (sp. gr. 1.20), and 10 cc of oil and mix thoroughly by shaking for 1/2 minute : the same color is developed as when the sugar is used.

Milliau test. — Prepare the fatty acids in any suitable manner and make on them either the Baudouin or the Villavecchia test.

Tocher test. — Dissolve 1 gram pyrogallol in 15 cc of concentrated hydrochloric acid. Mix this solution with 15 cc of oil and allow to stand for a minute. Draw off the aqueous layer and boil for five minutes. In the presence of sesame oil it becomes colored red by transmitted light and blue by reflected light.

53. — *Microscopical examination.*

Dissolve from 2 to 5 grams of oil or fat in about 10 cc of ether, plug lightly with cotton and allow to stand 15 or more hours in a moderately cool place.

The most characteristic crystals are obtained when the crystallization proceeds slowly and at temperature of from 22° to 24° C. The first crop of crystals may be examined and the mother liquor separated and set aside for further crystallization.

In order to get rid of the oleins, Gladding has suggested the following :

Dissolve 5 grams of melted fat in 10 cc of absolute alcohol and 5 cc of ether, stopper with cotton and place in ice water for about one-half hour, until the more crystallizable portions of the fat have separated. The crystalline part is separated by filtration through a filter paper moistened with alcohol, and washed with the alcohol-ether mixture. After drying in the air for some time, the crystals are dissolved from the paper by means of ether and then treated in the same way as described in the first method. When the crystals are ready to examine, a drop is removed with a pipette, placed on a slide, a drop of cotton oil or olive oil added, and a cover slip pressed gently down.

MILK AND CREAM.

54. — *Definitions and standards.*

Milk *(whole milk)* is the lacteal secretion obtained by the complete milking of one or more healthy cows, properly fed

and kept, excluding that obtained within fifteen days before and five days after calving.

Standard milk is milk containing not less than twelve per cent of total solids and not less than eight and one-half per cent of solids not fat, nor less than three and one-quarter per cent of milk fat.

Blended milk is milk modified in its composition so as to have a definite and stated percentage of one or more of its constituents.

Skim milk is milk from which a part or all of the cream has been removed.

Standard skim milk is skim milk containing not less than nine and one-quarter per cent of milk solids.

Buttermilk is the product that remains when butter is removed from milk or cream in the process of churning.

Pasteurized milk is standard milk that has been heated below boiling but sufficiently to kill most of the active organisms present and immediately cooled to fifty degress Fahr. or lower to retard the development of their spores.

Sterilized milk is standard milk that has been heated at the temperature of boiling water or higher for a length of time sufficient to kill all organisms present.

Condensed milk is milk from which a considerable portion of water has been evaporated.

Sweetened condensed milk is milk from which a considerable portion of water has been evaporated and to which sugar (sucrose) has been added.

Standard condensed milk and *standard sweetened condensed milk* are condensed milk and sweetened condensed milk, respectively, containing not less than twenty-eight per cent of milk solids, of which not less than one-fourth is milk fat.

Condensed skim milk is skim milk from which a considerable portion of water has been evaporated.

Cream is that portion of milk, rich in butter fat, which rises to the surface of milk on standing, or is separated from it by centrifugal force.

Standard cream is cream containing not less than eighteen per cent of milk fat.

Evaporated cream is cream from which a considerable portion of water has been evaporated.

55. — *Determination of total solids.*

Heat at 100° C. to constant weight about 3 grams of milk, with or without the addition of 15 to 30 grams of sand. Cool and weigh.

56. — *Determination of fat.*

a) *Official method.* — Dry about 5 grams on ignited asbestos in a Hofmeister schälchen or in a perforated metal cylinder (described by Babcock) and extract with ether in a continuous extraction apparatus.

b) *Babcock's method.* — This method is commonly used where a large number of samples is to be examined.

c) *Gerber's method.* — Where only occasional samples are to be examined, Gerber's acid butyrometer is found to give results comparable with those of the Babcock apparatus and is much more convenient.

57. — *Detection of gelatin.*

10 cc are mixed with an equal volume of acid mercuric nitrate solution, the mixture is shaken, and then 20 cc of water are added. The liquid is again shaken, allowed to stand five minutes, and filtered. In the presence of much gelatin, the filtrate will be opalescent and can not be obtained quite clear.

To a portion of the filtrate an equal volume of a saturated aqueous solution of picric acid is added. A yellow precipitate will be produced in presence of any considerable amount of gelatin, while smaller amounts will be indicated by the cloudiness produced by the picric acid solution.

In the absence of gelatin the filtrate obtained will be perfectly clear, and will be unaffected by adding picric acid.

58. — *Detection of formaldehyde and other preservatives.*

To the milk add strong commercial sulphuric acid without mixing : at the junction of the two liquids a violet or blue color will appear if the milk contains one or more parts per 10,000 of formaldehyde. This color is supposed to be given only when there is a trace of ferric chlorid or other oxidizing agent present.

Other methods of detecting formaldehyde, borax, boric acid, etc., are described under Food preservatives.

59. — *Detection of foreign colors.*

a) *Leach's method for annatto, aniline orange and caramel.* — Warm about 150 cc of milk and add about 5 cc of acetic acid, after which slowly continue the heating nearly to the boiling point. Press the curd free from adhering liquid, and macerate for several hours in about 50 cc of ether.

Decant the ether extract and evaporate. Make the fatty residue alkaline with sodium hydroxid, and pour upon a very small wet filter while still warm. After the solution has passed through, wash off the fat from the filter with a stream of water and dry the paper. If, after drying, the paper is colored orange, the presence of annatto is indicated, confirmed by applying a drop of stannous chlorid solution, which, in presence of annatto, produces a characteristic pink on the orange-colored paper.

If the extracted fat-free curd is distinctly dyed an orange or yellowish color, aniline orange is indicated. Tot confirm the

presence of this color, treat a lump of the fat-free curd with a little strong hydrochloric acid : if the curd immediately turns pink, the presence of aniline orange is assured.

If the fat-free curd is colored a dull brown, caramel is to be suspected. Shake a lump of the curd with strong hydrochloric acid and heat gently. The acid solution of the caramel-colored curd will gradually turn a deep blue.

Lythgoe's test for aniline orange. — Treat the milk with an equal volume of hydrochloric acid (sp. gr. 1.20). If aniline orange is present in appreciable amount, a pink color will at once be imparted to the curd particles as they separate out.

BUTTER.

60. — *Definitions and standards.*

Milk fat or butter fat is the fat of milk.

Standard milk fat or butter fat has a Reichert-Meissl number not less than twenty-four and a specific gravity not less than 0.905 (40° C./40° C.).

Butter is the product obtained by gathering in any manner the fat of fresh or ripened milk or cream into a mass, which also contains a small portion of the other milk constituents, with or without salt. By acts of Congress approved August 2d, 1886, and May 9th, 1902, butter may also contain additional coloring matter.

Standard butter is butter containing not less than eighty-two and five-tenths per cent of butter fat.

Renovated or process butter is the product obtained by melting butter and reworking, without the addition or use of chemicals or any substances except milk, cream, or salt.

Standard renovated or process butter is renovated or process butter containing not more than sixteen per cent of water and at least eighty-two and fivetenths per cent of butter fat.

61. — *Determination of water.*

Place from 1.5 to 2.5 grams in a flat-bottomed dish having a surface of at least 20 square centimeters, and dry to constant weight at the temperature of boiling water.

62. — *Determination of fat.*

a) *Direct method.* — Dry the butter and extract the fat by ether. Evaporate the ether, heat to constant weight at the temperature of boiling water, and weigh.

b) *Indirect method.* — Dissolve the dry butter with absolute ether or with 76° C. petroleum ether. Then transfer to a weighed Gooch crucible with the aid of a wash bottle filled with the solvent, and wasch until free from fat. Heat the crucible and contents at the temperature of boiling water until the weight is constant.

63. — *Determination of Reichert-Meissl number.*

Employ the method described under Oils and fats.

64. — *Determination of saponification value.*

Proceed as directed under Oils and fats.

65. — *The Waterhouse test for oleomargarine.*

Half fill a 100-cc beaker with sweet milk, heat nearly to boiling, and add 5 to 10 grams of butter. Stir with a small rod, until the fat is melted. Then place the beaker in cold water and stir the milk until the temperature falls sufficiently for the fat to congeal. At this point the fat, if oleo, can easily be collected into one lump by means of the rod, while if butter it will granulate and can not be so collected.

66. — *Special tests for process butter.*

a) *Foam test.* — Heat 2 or 3 grams over a free flame. True butter will foam abundantly, whereas process butter will bump and sputter, like hot grease, without foaming. Oleo behaves like process butter.

b) *Appearance of melted butter.* — Melt from 50 to 100 grams at 50° C. The curd from the butter will settle, leaving above it a clear, supernatant fat. On the other hand the supernatant fat in the case of process butter does not assume that clear appearance, but remains more or less turbid.

c) *Microscopic examination.* — With a polarizing microscope magnifying from 100 to 140 diameters, when a selenite plate is placed between the slide and the lower nicol, a normal butter will give a uniformly blue colored field, showing the absence of fat crystals; process butter gives a blue field, mottled with yellow.

67. — *Detection of annatto and saffron in butter—Cornwall's method.*

Five grams fat are dissolved in 50 cc. of ether and the solution is vigorously shaken with 12 to 15 cc. of a very dilute solution of potassium hydroxid, which must still be alkaline after it separates from the ether solution. It is allowed to stand a few hours, when the aqueous layer is drawn off, evaporated to dryness, and tested with sulphuric acid, which in the presence of annatto gives first a blue or violet blue, changing quickly to green, and finally to brown.

Saffron, which would be extracted at the same time, acts differently when treated with sulphuric acid, not giving the green coloration.

68. — *Detection of aniline colors.*

Follow methods described under Coloring matter.

CHEESE.

69. — *Definitions and standards.*

Cheese is the solid and ripened product obtained by coagulating the casein of milk by means of rennet or acids, with or without the addition of ripening ferments and seasoning. By act of Congress, approved June 6, 1896, cheese may also contain additional coloring matter.

Whole milk or full cream cheese is cheese made from milk from which no portion of the fat has been removed.

Standard whole-milk cheese or full-cream cheese is whole-milk or full-cream cheese containing in the water-free substance, not less than fifty per cent of butter fat.

Skim-milk cheese is cheese made from milk from which any portion of the fat has been removed.

Cream cheese is cheese made from milk and cream, or milk containing not less than six per cent of fat.

70. — *Separation of fat for examination.*

a) *First method.* — Cut about 300 grams of cheese into fragments the size of a pea. Treat with 700 cc. of potassium hydroxid (50 grams per liter) at 20° C. and promote the solution of casein by vigorous shaking. Collect the lumps of fat into as large a mass as possible by a gentle shaking to and fro. Pour cold water into the flask until the fat is driven up into the neck and remove it by means of a spoon. Wash the fat thus obtained with as little water as will remove the residue of the lye which it may contain.

b) *Second method.* — Grind the cheese. Pour warm water

upon it, using 1 cc for every gram. Shake thoroughly and add sulphuric acid (sp. gr. 1.82 to 1.825) slowly and in small quantities, shaking after each addition of acid. The total amount of acid used should be the same as the amount of water used. Remove the fat, which separates after standing a few minutes, wash it free from acid, filter, and dry.

71. — *Determination of water.*

Place from 2 to 5 grams in a weighed platinum dish containing a small quantity of porous material such as ignited asbestos or sand, to absorb the fat; heat in a water-jacketed bath for ten hours and weigh. Or, if preferred, place the dish in a desiccator over concentrated sulphuric acid and dry to constant weight; renew the acid when the cheese has become nearly dry.

72. — *Determination of fat.*

Cover the perforations in the bottom of the extraction tube with dry asbestos; on this, place a mixture containing equal parts of anhydrous copper sulphate and pure dry sand to the depht of about 5 cm. packing loosely. Cover the upper surface of this material with a film of asbestos and place on it from 2 to 5 grams of the sample. Place the tube in a continuous extraction apparatus and treat for five hours with anhydrous ether. Remove the cheese and grind to a fine powder with pure sand in a mortar. Replace the mixed cheese and sand in the extraction tube, wash the mortar free of all matters with ether, add the washings to the tube, and continue the extraction for ten hours.

73. — *Determination of nitrogenous compounds.*

Make a determination of nitrogen by the Kjeldahl or the Gunning method, using about 2 grams of cheese, and multiply the percentage by 6.25.

SACCHARINE PRODUCTS.

74. — *Definitions and standards.*

Sugar is the product chemically known as sucrose (saccharose) chiefly obtained from sugar cane, sugar beets, sorghum, maple, or palm.

Standard sugar is white sugar containing at least ninety-nine and five-tenths per cent of sucrose.

Granulated, loaf, cut, milled, and powdered sugars are different forms of standard sugars.

Maple sugar is the solid product resulting from the evaporation of maple sap.

Massecuite, melada, mush sugar, and *concrete* are products obtained by evaporating the purified juice of a sugar-producing plant, or a solution of sugar, to a solid or semi-solid consistence in which the sugar chiefly exists in a crystalline state.

Molasses is the product left after separating the sugar from massecuite, melada, mush sugar, or concrete.

Standard molasses is molasses containing not more than twenty-five per cent of water nor more than five per cent of ash.

Sirup is the product obtained by purifying and evaporating the juice of a sugar-producing plant without removing any of the sugar.

Sugar-cane sirup is a sirup obtained by the evaporation of the juice of the sugar cane or by the solution of sugar-cane concrete.

Sorghum sirup is a sirup obtained by the evaporation of sorghum juice or by the solution of sorghum concrete.

Maple sirup is a sirup obtained by the evaporation of maple sap or by the solution of maple concrete.

Sugar sirup is a product obtained by dissolving sugar to the consistence of a sirup.

Standard sirup is a sirup containing not more than thirty

per cent of water nor more than two and five-tenths per cent of ash.

Starch sugar or grape sugar is the solid product obtained by hydrolyzing starch or a starch-containing substance until the greater part of the starch is converted into dextrose.

Starch sugar or grape sugar appears in commerce in two forms, anhydrous and hydrous. In the former, the sugar is crystallized without water of crystallization; in the latter, it is crystallized with water of crystallization.

The hydrous varieties are commonly known as 70 and 80 sugars; 70 sugar is also known as brewers' sugar, and 80 sugar as climax or acme sugar.

Standard 70 sugar or brewers' sugar is hydrous starch sugar containing not less than seventy per cent of dextrose and not more than eight-tenths per cent of ash.

Standard 80 sugar, climax or acme sugar, is hydrous starch sugar containing not less than eighty per cent of dextrose and not more than one and one-half per cent of ash.

Standard anhydrous grape sugar is anhydrous grape sugar containing not less than ninety-five per cent of dextrose without water of crystallization and not more than eight-tenths per cent of ash.

The ash of these standard products consists almost entirely of chlorids and sulphates of lime and soda.

Glucose, mixing glucose, or confectioners' glucose is a thick sirupy substance obtained by incompletely hydrolizing starch or a starch-containing substance, decolorizing and evaporating the product. It is found in various degrees of concentration, ranging from forty-one to forty-five degrees Baumé.

Standard glucose, mixing glucose, or confectioners' glucose is colorless glucose, varying in density between forty-one and forty-five degrees Baumé, at a temperature of one hundred degrees F. (37.7° C.). It conforms in density, within these limits, to the degree Baumé it is claimed to show, and for a density of forty-one degrees Baumé contains not

more than twenty-one per cent of water and for a density of forty-five degrees not more than fourteen per cent. It contains on a basis of forty-one degrees Baumé not more than one per cent of ash, consisting chiefly of chlorids and sulphates of lime and soda.

Glucose sirup or *corn sirup* is glucose unmixed or mixed with sirup or molasses.

Standard glucose sirup or corn sirup is glucose sirup or corn sirup containing not more than twenty-five per cent of water nor more than three per cent of ash.

Candy is a product prepared from a saccharine substance or substances, with or without the addition of harmless coloring, flavoring, or filling materials.

Standard candy is candy containing no terra alba, barytes, talc, chrome yellow, or other mineral substances or poisonous colors or flavors or other ingredients injurious to health.

75. — *Determination of total solids.*

a) *Molasses, sirups, and honey.* — 1° *By direct determination.* — Weigh 20 grams into a 100-cc graduated flask, dissolve in water and make up to the mark. Measure 10 cc of this solution into a tared platinum dish containing about 5 grams of freshly ignited, finely divided asbestos fiber, and dry to constant weight at 70°.

2° *By calculation from specific gravity.* — Weigh 25 grams into a 100-cc graduated flask, dissolve in water and make up to the mark. Determine the specific gravity of the diluted solution by means of a pycnometer or a Westphal balance. Ascertain from a table the percentage by weight of solids corresponding to the specific gravity.

b) *Confectionery.* — α. *Lozenges and other pulverizable products.* — Weigh from 2 to 5 grams and dry to constant weight at 70° C.

β. *Semiplastic, sirupy, or pasty products.* — Measure 25 cc of the 20 per cent solution, into a tared platinum dish containing asbestos fiber and proceed as in (a).

76. — *Determination af ash.*

Weigh out from 5 tot 10 grams of molasses, honey, or sirup, or weigh 5 grams of the pulverizable confectionery, or measure 50 cc of the 20 per cent solution; evaporate to dryness and burn slowly and cautiously over a low flame. After frothing has ceased, increase the flame and ignite to a white ash at a low red heat.

77. — *Examination for mineral adulterants.*

a) *Reducing to ash.* — Mix 100 grams of molasses, sirup, or honey, or of the confectionery solution evaporated to sirupy consistency, with about 35 grams of concentrated sulphuric acid. An electric current is then passed through it while stirring : begin with a current of about 1 ampere and gradually increase to 4. In from ten to fifteen minutes the mass is reduced to a fine, dry char, which may then be readily burnt to a white ash over a free flame or in a muffle.

If an electric current is unavailable, treat the saccharine solution evaporated to sirupy consistency with sufficient concentrated sulphuric acid to thoroughly carbonize the mass, after which ignite in the usual manner.

b) *Determination of tin.* — Fuse the ash from a weighed portion with sodium hydroxid, dissolve in water and acidulate with hydrochloric acid; filter and precipitate the tin from this solution with hydrogen sulphid; wash the precipitafe on a filter and dissolve it in an excess of ammonium sulphid. Filter this solution and deposit the tin by electrolysis, using a current of 0.05 ampere.

78. — *Determination of ether extract in confectionery.*

Measure 25 cc of the 20 per cent mixture or solution into a very thin, readily frangible glass evaporating shell (Hoffmeister's schälchen), containing 5 to 7 grams of freshly ignited asbestos fiber; or weigh out 5 grams of the sample into a dish, and wash with water into the asbestos in the evaporating shell. Dry to constant weight at 100°, after which cool, wrap loosely in smooth paper, and crush into rather small fragments between the fingers, carefully transferring the pieces to an extraction tube or a Schleicher and Schull cartridge for fat extraction. Extract with anhydrous ether or with petroleum ether in a continuous extraction apparatus for at least 25 hours. Transfer the solution to a tared flask, evaporate off the ether, dry at 100° C. to constant weight.

79. — *Determination of paraffin in confectionery.*

Add to the ether extract 10 cc of 95 per cent alcohol and 2 cc of 1 : 1 sodium hydroxid solution, connect the flask with a reflux condenser, and heat for an hour on the water bath or until saponification is complete. Remove the condenser, and allow the flask to remain on the bath till the alcohol is evaporated off and a dry residue is left. Treat the residue with about 40 cc of water and heat on the bath, with frequent shaking, till everything soluble is in solution. Wash, cool, and extract with four successive portions of petroleum ether. Remove the petroleum ether by evaporation and dry to constant weight.

It should be noted that any phytosterol or cholesterol present in the fat would come down with the paraffin, but the amount would be insignificant.

The character of the final residue should, however, be confirmed by determining its melting point and specific gravity, and by subjecting it to examination in the butyro-refractometer. The melting point of paraffin is about 54.5° C.; its

specific gravity at 15.5° is from 0.868 to 0.915, and on the refractometer (Zeiss's scale) the reading at 65° C. is from 11 to 14.5.

80. — *Determination of nitrogen.*

Use 5 grams, and follow the Gunning method.

81. — *Determination of starch in confectionery.*

Measure gradually 25 cc of the 20 per cent solution or uniform mixture into a hardened filter or Gooch crucible, or transfer by washing 5 grams of the finely powdered substance to the filter or Gooch, and allow the residue on the filter to become air-dried. Extract with 5 successive portions of 10 cc of ether, then wash with 150 cc of 10 per cent alcohol, and finally with 20 cc of strong alcohol. Transfer the residue to a large flask and boil gently for 4 hours with 200 cc of water and 20 cc hydrochloric acid (specific gravity 1.125), the flask being provided with a reflux condenser. Cool, neutralize with sodium hydroxid, add 5 cc of alumina cream, and make up the volume to 250 cc with water. Filter, and determine the dextrose in an aliquot part of the filtrate by Allihn's method.

82. — *Polarization.*

a) *Molasses.* — Dissolve the normal weight of the sample in water in a 100-cc graduated flask, add an excess of lead subacetate solution, and fill to the mark; filter and polarize in a 100-mm tube.

To 50 cc of the filtrate add 5 cc of concentrated hydrochloric acid. Heat slowly to 68° and cool. Polarize, add 10 per cent to the reading.

b) *Honey, maple sirup, and water-soluble confectionery.* — Follow directions given under « Molasses », except that

alumina cream is employed in excess as a clarifier instead of subacetate of lead.

c) *Confectionery containing starch or insoluble matter.* — Employ the double-dilution method, thus making due allowance for the volume of the precipitate. Take half the normal weight of the sample and make up the solution to 100 cc, using the appropriate clarifier (subacetate of lead for dark-colored confectionery or molasses, and alumina cream for light-colored confectionery and honey). Take the normal weight of the sample and make up a second solution with the clarifier to 100 cc. Filter and obtain direct polariscopic readings of both solutions. Invert each in the usual manner and obtain the invert readings of the two.

The true direct polarization of the sample is the product of the two direct readings divided by their difference. The true invert polarization is the product of the two invert readings divided by their difference.

83. — *Determination of cane sugar.*

Use Clerget's formula :

$$S = \frac{(a - b)\,100}{144 - \frac{t}{2}}$$

where S = per cent of cane sugar, a = direct polarization, b = invert polarization, t = temperature.

84. — *Determination of commercial glucose in molasses, sirups, and honey.*

It is manifestly impossible to determine with absolute accuracy the amount of commercial glucose present, by reason of the varying amount of dextrine, maltose, and dextrose present in the adulterant.

It is possible, however, in molasses and maple sirup, wherein

the amount of invert sugar is so small as not to appreciably affect the result, to estimate approximately the amount of commercial glucose by the following formula :

$$G = \frac{(a - S)\,100}{175}$$

where G = per cent of commercial glucose, a = direct polarization, S = per cent of cane sugar.

In honey, which is composed largely of invert sugar, much closer results are attained by first inverting the sample and obtaining the polariscopic reading at 87° in a tube surrounded by hot water. This reading divided by 175 gives the approximate percentage of commercial glucose.

It has been found that the grade best adapted by its consistency for admixture with these products, polarizes on the cane-sugar scale at or about 175°.

85. — *Determination of reducing sugars (estimated as dextrose).*

Treat 5 grams of molasses, sirup, or honey, or 25 cc of the 20 per cent solution or mixture, or 5 grams of the powdered confectionery, with water in a 100-cc graduated flask, using 2 to 5 cc of lead subacetate solution in the case of molasses or sirup, and 5 cc of alumina cream in the case of honey or confectionery. Make up to 100 cc, filter, take an aliquot part of the filtrate (25 to 50 cc), and make this up to 100 cc, the amount taken being such that, when diluted, the solution will contain not more than one per cent of dextrose. If lead subacetate has been used to clarify, add to the aliquot part taken, and before dilution, enough sodium sulphate to precipitate the excess of lead, then filter, and make up to the 100-cc mark.

Add 30 cc of Fehling's copper solution to 30 cc of Fehling's alkaline tartrate solution in a 250-cc Erlenmeyer flask. Add 25 cc of the sugar solution (which must not contain more than 1 per cent of reducing sugar), heat to boiling and boil

exactly 2 minutes. Separate the precipitate as quickly as possible by filtering, with the aid of vacuum, through a layer of asbestos about 1 cm thick in a Gooch crucible, washing the cuprous oxide precipitate with boiling distilled water till the wash water ceases to be alkaline.

Dry the Gooch with its contents in the oven, and finally heat it at dull redness for fifteen minutes. Transfer to the desiccator, cool, and weigh quickly as cupric oxid.

Or, wash with alcohol and ether, dry for 20 minutes at 100° C. and weigh as cuprous oxid.

Or, the copper may be determined from the cuprous oxid.

86.—*Determination of alcohol in sirups used in confectionery (« brandy drops »).*

As directed under Fermented and distilled liquors.

87. — *Detection of coloring matter.*

As directed under Coloring matters.

CANNED VEGETABLES

88. — *Detection of saccharin.*

Add from 25 to 40 cc of water to about 20 grams of the sample; macerate and strain through muslin; acidify with 2 cc of sulphuric acid (1 to 3) and extract with ether. Separate the ether layer, allow the ether to evaporate spontaneously, and take up the residue with water. If saccharin be present its presence will be indicated by the sweet taste imparted to the water.

To confirm this test add from 1 to 2 grams of sodium hydroxid, and place the dish in an oil bath. Maintain the temperature of the oil at 250° C. for twenty minutes, when the

saccharin will be converted into salicylic acid. After cooling and acidifying with sulphuric acid, extract in the usual way and test for salicylic acid.

This test, of course, presupposes the absence of salicylic acid in the original sample. If salicylic acid is present in the original sample it must be removed before making the test for saccharin.

89. — *Determination of sulphites.*

a) *Distillation method.* — Place 50 grams in a distilling flask, add about 5 cc of a saturated solution of glacial phosphoric acid, and proceed with the distillation and the titration of the sulphite as directed under Fermented and distilled liquors.

Where only a qualitative test is desired, take the first few cubic centimeters of the distillate, add a slight excess of iodin solution, boil to expel the excess of iodin, then acidify with hydrochloric acid and add barium chlorid solution. This test is very delicate and is easily applied.

b) *Reduction method.* — To about 25 grams of the sample placed in a 200-cc Erlenmeyer flask add some pure zinc and several cubic centimeters of hydrochloric acid. In the presence of sulphites, hydrogen sulphid will be generated and may be tested for with lead paper.

Traces of metallic sulphids are occasionally present in vegetables.

90. — *Detection of preservatives.*

See methods given under Food preservatives.

91. — *Detection of coloring matters.*

a) *In tomatoes and catsups.* — The general methods given under Coloring matter may be applied.

Extract the color from the dried pulp with ordinary alcohol

after acidifying with hydrochloric acid and filter. Eosin gives a characteristic fluorescent filtrate. Dilute the filtrate with water, extract with amyl alcohol and dye. Cochineal if present is in the form of a lake and will require strong hydrochloric acid to decompose it. After extraction with amyl alcohol it may be tested with uranium acetate.

b) *In peas, beans, gherkins, etc.* — Ash from 15 to 20 grams, either with or without previous treatment with concentrated sulphuric acid; treat with nitric acid; filter, make the filtrate alkaline with ammonia, and if a precipitate forms filter again : copper will be indicated by the blue color of the filtrate. If further test is desired, acidify with acetic acid and add potassium ferro-cyanide : red coloration or precipitate verifies the test.

c) *In mixed pickles, etc.* — Turmeric may be identified by the method given under Coloring matter.

92. — *Determination of total and volatile acidity.*

It is occasionally desirable to determine total acidity in tomatoes and catsups, and volatile acidity in the latter. For this purpose use methods described under Fermented and distilled liquors. Express fixed acids as citric; volatile acids, as acetic.

93. — *Determination of heavy metals.*

a) *Allen's method, modified by Bigelow and Munson.* — Treat 100 grams of the moist material, or 25 grams of the dried material, with about 5 cc of concentrated sulphuric acid and 2 cc of nitric acid. After foaming has ceased, add 3 grams of magnesium oxid and mix thoroughly. Then ignite until thoroughly charred. Grind in a mortar, and again ignite to complete combustion. The addition of a few drops of nitric acid may be necessary toward the end to complete the operation. Add about 50 cc of hydrochloric acid (1:3) and heat to boiling for a half hour.

Nearly neutralize the acid with sodium hydroxid, dilute to 150 cc with water, precipitate with hydrogen sulphid, and filter, after heating for a few moments. Dry the precipitate and insoluble ash residue, and then fuse with a mixture consisting of one gram each of sodium carbonate, potassium carbonate, and sulphur. Dissolve the fused mass with hot water and filter.

Sulphids of lead and copper remain upon the filter.

Acidify the filtrate with acetic acid to precipitate the tin sulphid. Collect the tin sulphid upon a filter. Wash thoroughly, and then dissolve by the aid of heat in a concentrated solution of ferric chlorid. The reduced iron salt is then titraded with potassium dichromate.

Determine the copper and lead, which remain as insoluble sulphids after the fusion, and the zinc, which remains in the original filtrate, according to the scheme described under the following method.

b) *Munson's method.* — Treat 100 grams of the moist sample after evaporation to dryness, or 25 grams of the dry sample with sufficient concentrated sulphuric acid to thoroughly carbonize the mass. Gently heat over a Bunsen burner until all danger of foaming is past; then transfer the dish to a muffle furnace and keep it at a low red head until all organic matter is destroyed. It is occasionally found necessary to add a few drops of nitric acid to completely destroy organic matter. When the material is completely ashed, allow to cool; add 25 cc of hydrochloric acid (1 to 8) and evaporate to dryness; take up with water and acidify with two or three drops of hydrochloric acid.

Treat with hydrogen sulphid. After heating upon a water bath for a few minutes, the precipitate and the insoluble residue are collected upon a filter. The precipitate and residue may contain sulphids of tin, lead, and copper, and oxid of tin; the filtrate will contain any zinc that is present.

Fuse the sulphid precipitate and insoluble ash residue with about three grams of caustic soda for a half hour. Dissolve

the mass with hot water and slightly acidify with hydrochloric acid. Again treat with hydrogen sulphid without filtering. By this treatment all the tin is thrown down as sulphid with the sulphids of copper and lead. Collect the precipitate upon a filter and wash thoroughly with hot water.

To separate the tin sulphid from those of copper and lead, wash several times upon the filter with separate portions of 10 cc of strong boiling ammonium sulphid. The filtrate is then made acid with hydrochloric acid to precipitate the tin sulphid, which is collected upon an ashless filter, ignited, and weighed as stannic oxid.

Treat the insoluble residue remaining from the ammonium sulphid washing with nitric acid, filter, wash, nearly neutralize with ammonia the excess of mineral acid, and add ammonium acetate. If any iron salt precipitates, filter, wash and divide the filtrate for the determinations of copper and lead. In the absence of lead, copper may be determined electrolytically, or it may be titrated with potassium cyanid.

Precipitate lead with potassium chromate in an acetic acid solution; and weigh upon a tared filter as lead chromate.

Evaporate the filtrate from the hydrogen sulphid precipitate to about 60 cc; add bromin water. Boil off the excess of bromin and, unless the solution is distinctly yellow, add a few drops of concentrated solution of ferric chlorid to make it so. Nearly neutralize the mineral acid with ammonia, and add ammonium acetate. Filter and thoroughly wash the precipitate. To the filtrate, made distinctly acid with acetic acid and boiled, add hydrogen sulphid. Collect the zinc sulphid upon an ashless filter, ignite and weigh as zinc oxid.

94. — « *Soaked* » *vegetables.*

The material used for this class of canned vegetables are the ordinary matured peas and beans, such as are used for seed, or are sold dried upon the market, and corn that has passed the stage when it can be supplied for the green market.

The high percentage of solids in the solid portion of the can is characteristic.

Soaked peas and beans lose much, if not all, of their green color, and have the general appearance of the well-matured product. Their cotyledons are well formed, firm and mealy. With the pea the caulicle is particularly prominent, the process of soaking having been sufficient to start its development. With corn, the kernel is plumb and hard and lacking in milky consistency.

The succulence so characteristic of the green pea, bean, and corn is entirely lacking.

SPICES.

95. — *Definitions and standards.*

Spices are aromatic vegetable substances used for the seasoning of food.

Standard spices are sound spices, true to name, from which no portion of any volatile oil or other flavoring principle has been removed.

Allspice or pimento is the dried fruit of *Pimenta officinalis* Lindl.

Standard allspice is allspice containing not less than eight per cent of quercitannic acid (1); not more than six per cent of total ash; not more than five-tenths per cent of ash insoluble in hydrochloric acid, and not more than twenty-five per cent of crude fiber.

Anise is the fruit of *Pimpinella anisum* L.

Bay leaf is the dried leaves of *Laurus nobilis* L.

Capers are the flower buds of *Capparis spinosa* L.

Caraway is the fruit of *Carum carvi* L.

---

(1) Calculated from the total oxygen absorbed by the aqueous extract.

Red pepper is the red, dried, ripe fruit of any species of *Capsicum*.

Cayenne pepper or cayenne is the dried, ripe fruit of *Capsicum fastigiatum* DC., *Capsicum frutescens* L., *Capsicum baccatum* L., or some other smallfruited species of *Capsicum*.

Standard cayenne pepper is cayenne pepper containing not less than fifteen per cent of nonvolatile ether extract; not more than six and five-tenths per cent of total ash; not more than five-tenths per cent of ash insoluble in hydrochloric acid; not more than one and five-tenths per cent of starch by the diastase method, and not more than twenty-eight per cent of crude fiber.

Celery seed is the dried seed of *Apium graveolens* L.

Cinnamon is the dried bark of any species of the genus *Cinnamomum* from which the outer layers may or may not have been removed.

True cinnamon is the dried inner bark of *Cinnamomum zeylanicum* Breyne.

Cassia is the dried bark of various species of *Cinnamomum*, other than *Cinnamomum zeylanicum*, from which the outer layers may or may not have been removed.

Cassia buds are the dried immature fruit op species of *Cinnamomum*.

Ground cinnamon or ground cassia is a powder consisting of cinnamon, cassia or cassia buds, or a mixture of these spices.

Standard cinnamon or cassia is cinnamon or cassia containing not more than eight per cent of total ash and not more than two per cent of sand.

Cloves are the dried flower buds of *Eugenia caryophyllata*, Thunb. (*Caryophyllus aromaticus* L.) which contain not more than five per cent of clove stems.

Standard cloves are cloves containing not less than ten per cent of volatile ether extract; not less than twelve per cent of quercitannic acid (1); not more than eight per cent of

(1) Calculated from the total oxygen absorbed by the aqueous extract.

total ash; not more than five-tenths per cent of ash insoluble in hydrochloric acid, and not more than ten per cent of crude fiber.

Coriander is the dried fruit of *Coriandrum sativum* L.

Cumin seed is the fruit of *Cuminum cyminum* L.

Dill seed is the fruit of *Peucedanum graveolens* Benth & Hook.

Fennel is the fruit of *Foeniculum vulgare* Gaertn.

Ginger is the washed and dried, or decorticated and dried, rhizome of *Zingiber officinale* Roscoe.

Standard ginger is ground or whole ginger containing not less than forty-two per cent of starch by the diastase method, nor less than forty-six per cent by direct inversion (1), not more than eight per cent of crude fiber, not more than eight per cent of total ash, not more than one per cent of lime, and not more than three per cent of ash insoluble in hydrochloric acid.

Limed or bleached ginger is whole ginger coated with carbonate of lime.

Standard limed or bleached ginger is limed or bleached ginger containing not more than ten per cent of ash, not more than four per cent of carbonate of lime, and conforming in other respects to standard ginger.

Horse-radish is the root of *Cochlearia armoracea* L.

Standard grated or ground horse-radish may be mixed with vinegar.

Mace is the dried arillus of *Myristica fragrans* Houttuyn.

Standard mace is mace containing not less than twenty nor more than thirty per cent of nonvolatile ether extract, not more than three per cent of total ash, not more than five-tenths per cent of ash insoluble in hydrochloric acid, and not more than ten per cent of crude fiber.

Macassar or Papua mace is the dried arillus of *Myristica argentea* Warb.

(1) **Copper-reducing matters by direct inversion calculated as starch.**

Bombay mace is the dried arillus of *Myristica malabarica* Lamarck.

Marjoram is the leaves, flowers, and branches of *Origanum majorana* L.

Mustard seed is the seed of *Sinapis alba* L. (white mustard), *Brassica nigra* Koch (black mustard), or *Brassica juncea* Coss. (black or brown mustard).

Ground mustard is a powder made from mustard seed, with or without the removal of the hulls and a portion of the fixed oil.

Standard ground mustard is mustard containing not more than two and five-tenths per cent of starch by the diastase method and not more than eight per cent of total ash.

Nutmeg is the dried seed of *Myristica fragrans* Houttuyn, deprived of its testa and with or without a thin coating of lime.

Standard nutmegs, ground or unground, are nutmegs containing not less than twenty-five per cent of nonvolatile ether extract; not more than five per cent of total ash; not more than five-tenths per cent of ash insoluble in hydrochloric acid, and not more than ten per cent of crude fiber.

Macassar, Papua, male, or long nutmeg is the dried seed of *Myristica argentea* Warb. deprived of its testa.

Paprica is the dried ripe fruit of *Capsicum annuum* L., *Capsicum longum* DC., or some other large-fruited species of *Capsicum.*

Black pepper is the dried immature berries of *Piper nigrum* L.

Standard black pepper is black pepper free from added pepper shells, pepper dust, and other pepper by-products and containing not less than six per cent of nonvolatile ether extract; not less than twenty-two per cent of starch by the diastase method; not less than twenty-eight per cent of starch by direct inversion (1); not more than seven per

(1) Copper reducing matters by direct inversion calculated as starch.

cent of total ash; not more than two per cent of ash insoluble in hydrochloric acid; and not more than fifteen per cent of crude fiber. One hundred parts of the nonvolatile ether extract contain not less than three and one quarter parts of nitrogen.

Long pepper is the dried fruit of *Piper longum* L.

White pepper is the dried mature berries of *Piper nigrum* L., from which the outer coating, or the outer and inner coatings, have been removed.

Standard white pepper is white pepper containing not less than six per cent of nonvolatile ether extract; not less than fifty-three per cent of starch by te diastase method; not less that forty per cent of starch by direct inversion (1); not more than four per cent of total ash; not more than five-tenths per cent of ash insoluble in hydrochloric acid; and not more than five per cent of crude fiber. One hundred parts of the nonvolatile ether extract contain not less than four parts of nitrogen.

Saffron is the dried stigmas of *Crocus sativus* L.

Sage is the leaves of *Salvia officinalis* L.

Savory or *summer savory* is the leaves, blossoms, and branches of *Satureia hortensis* L.

Thyme is the leaves and ends of blooming branches of *Thymus vulgaris* L.

96. — *Determination of water.*

Dry two grams at 110° C. to constant weight. From the loss in weight subtract the amount of volatile ether extract determined as below described.

97. — *Determination of total ash.*

If calcium carbonate is present, care must be taken to burn the material and also the residue after exhaustion with water,

(1) Copper reducing matters by direct inversion calculated as starch.

at a heat below redness, thus avoiding loss of carbonic acid of the carbonate.

When leaching with water is necessary, it is advisable to add a few drops of ammonium carbonate solution before evaporation.

98. — *Determination of ash soluble in water.*

Boil the ash with 50 cc of water, collect the insoluble portion in a Gooch crucible, wash with hot water, dry, ignite, and weigh. Subtract the percentage of insoluble ash thus determined from the percentage of total ash.

99. — *Determination of « sand » or ash insoluble in hydrochloric acid.*

Incinerate 2 grams, boil with 25 cc of 10 per cent hydrochloric acid (sp. gr. 1.050) for 5 minutes, collect the insoluble matter in a Gooch crucible, wash with hot water, ignite, and weigh.

100. — *Determination of lime (in limed nutmegs, ginger, etc).*

In the presence of calcium sulphate, the water solution gives tests for both lime and sulphuric acid. Samples containing a considerable amount of carbonate effervesce on addition of 10 per cent hydrochloric acid. Determine lime in the ash, after separation of iron and alumina phosphates, as described under Baking powder.

101. — *Determination of total sulphur (for mustard and samples adulterated with calcium sulphate).*

Convert about 10 grams of sodium peroxid into hydroxid by adding a little water and boiling over a low flame until the

excess of water is expelled. Stir 1 gram of the material into the slightly cooled hydroxid and oxidize by gradually raising the heat and adding small portions of sodium peroxid until the oxidation is complete. Dissolve the fused mass in 400 cc of water, acidify strongly with hydrochloric acid, boil until the excess of peroxid is destroyed and chlorin expelled, filter through pure paper, make neutral with ammonia, and add an excess of 4 cc of concentrated hydrochloric acid. From the boiling solution precipitate sulphuric acid by gradually adding a solution containig 1 gram of barium chlorid. Filter, wash, ignite, and weigh.

102. — *Determination of carbon dioxid (for samples adulterated with calcium carbonate).*

Proceed as directed under Total carbon dioxid in Baking powder.

103. — *Determination of volatile and nonvolatile ether extract.*

Extract 2 grams for 20 hours, in a continuous extraction apparatus with absolute ether. Transfer the ethereal solution to a tared capsule and allow to evaporate at room temperature. Let stand 18 hours over sulphuric acid and weigh the total ether extract.

Heat the extract gradually to 100° C., continue the heating at that temperature for 6 hours, and then at 110°, until the weight becomes constant. The loss is volatile oil; the residue, nonvolatile ether extract.

104. — *Determination of alcohol extract.*

Place 2 grams in a 100 cc flask and fill to the mark with 95 per cent alcohol by volume. Stopper, shake at intervals of

30 minutes for 8 hours, and allow to stand 16 additional hours without shaking. Filter the extract, evaporate 50 cc to dryness, and heat to constant weight at 110° C.

105. — *Determination of copper-reducing matters by direct inversion.*

Extract 4 grams on some filter that will completely retain the smallest starch granules, with five successive portions of 10 cc of ether. After the ether has evaporated, wash with 150 cc of 10 per cent alcohol.

All preliminary washing is best omitted in determinations made on all varieties of cassia, as well as on cassia buds and cinnamon.

Carefully wash the residue from the paper into a 500-cc flask, with 200 cc of water.

Add 20 cc of 25 per cent hydrochloric acid (sp. gr. 1.125) and heat for three hours on a boiling water bath. Cool the solution nearly, but not quite, neutralize with sodium hydroxid solution, make up to 500 cc, and filter.

Determine reducing matters by the Allihn method.

106. — *Determination of starch by diastase method.*

Extract 4 grams with ether and 10 per cent alcohol. Carefully wash the wet residue into a beaker with 100 cc of water, heat on an asbestos plate to boiling with constant stirring, and continue the boiling and stirring thirty minutes. Replace the water lost by evaporation, and immerse the beaker in a water bath kept at from 55 to 60°. When the liquid has cooled to the temperature of the bath, add 10 cc of fresh extract of malt, and digest the mixture for one hour, with occasional stirring. Boil a second time for fifteen minutes, cool, and digest as befor with another 10-cc portion of malt extract. Heat to boiling the third time, cool, make up the liquid to 250 cc, filter, and remove 200 cc of the filtrate

to a 500-cc flask. Conduct the inversion with acid, and determine the reducing power of the solution, making a correction for the copper reduced by the added malt extract, as determined by blank analyses.

107. — *Determination of crude fiber.*

Place the residue from the determination of ether extract in a 500-cc Erlenmeyer flask, and add 220 cc of boiling 1.25 per cent sulphuric acid. Loosely cover the flask, heat at once to gentle boiling, and continue the boiling thirty minutes. Filter, wash with hot water, and rinse back into the same flask with 200 cc of boiling 1.25 per cent sodium hydroxid solution. After boiling, as before, for thirty minutes, collect the fiber on a weighed paper, thoroughly wash with hot water, and finally with a little alcohol and ether. Dry at 100° C. to constant weight. Deduct the amount of ash in the fiber.

Determine the loss in weight sustained by the paper on treatment with sodiumhydroxid solution, alcohol and ether, and introduce the necessary correction.

108. — *Determination of nitrogen.*

a) *Kjeldahl method (for all spices except black and white pepper).*

b) *Gunning-Arnold method (for blak and white pepper).* — Owing to the presence of piperine, the Gunning-Arnold method must be used.

Mix 1 gram with 1 gram of copper sulphate, 1 gram of mercuric oxid, 15 to 18 grams of potassium sulphate, and 25 cc of sulphuric acid. After heating gently until frothing ceases, boil the mixture from two to four hours. When nearly cool, add about 300 cc of water, 50 cc of potassium sulphid solution (40 : 1,000), and sodium hydroxid solution to alkaline reaction. Distill into standard acid and titrate with standard alkali.

109. — *Determination of nitrogen in non-volatile ether extract (for black and white pepper).*

Extract 10 grams for twenty hours in a continuous extraction apparatus with absolute ether. Evaporate the ether, dry first at 100° C., and finally to constant weight at 110° C. Determine the nitrogen in the weighed extract by the Gunning-Arnold method.

100 parts of non-volatile ether extract from black pepper contain not less than 3.25 parts, and from white pepper not less than 4.00 parts of nitrogen.

Crude piperine may be calculated from the nitrogen by multiplying by 20.36.

110. — *Determination of cold water extract (for ginger).*

Place 4 grams in a flask, add water to 200 cc, shake at half-hour intervals during 8 hours and let stand 16 additional hours, without shaking. Filter and evaporate 50 cc to dryness. Dry to constant weight at 100° C.

111. — *Determination of tannin equivalent by the Löwenthal-Richardson method (for cloves and allspice).*

Extract 2 grams 20 hours with absolute ether. Boil the residue 2 hours with 300 cc of water, cool, make up to 500 cc and filter. Measure 25 cc into a flask of about 1,200-cc capacity, add 20 cc of indigo solution and 750 cc of distilled water. Run in standard permanganate solution until a bright golden yellow color appears.

Determine in the same manner the number of cubic centimeters of permanganate solution consumed by 20 cc of indigo solution alone and subtract from the number consumed by the spice infusion and indigo solution together.

Indigo solution must be made from sodium sulphindigotate : dissolve 6 grams in 500 cc of water, with the aid of

heat, cool, mix with 50 cc of concentrated sulphuric acid, make up to 1 liter and filter.

Prepare standard potassium permanganate solution by dissolving 1.333 grams in 1,000 cc of water; standardize by titration of 10-cc portions of decinormal oxalic acid solution, which have been previously diluted to 500 cc, heated to 60° C. and mixed with 20 cc of dilute sulphuric acid (1:3 by volume).

Ten cubic centimeters of decinormal oxalic acid solution are equivalent to 0.06232 gram of quercitannic acid.

112. — *Microscopical examination.*

Mount a small amount of the ground sample in water and examine under the microscope with both ordinary and polarized light. This gives a general insight into the nature of the material and serves for the detection and identification of starch granules and various tissues.

Draw a small drop of iodin solution into the same preparation and examine. Starch granules will be colored blue or blue-black, cellulose yellow, and proteids either brown or yellow.

Draw a little potassium hydroxid solution under the cover glass and examine once again. This treatment gelatinizes the starch granules, dissolves the proteids, saponifies the fats, and in other ways clears the preparation. It also imparts to tannins a reddish color.

If treatment with potash does not clear the tissues satisfactorily, treat a fresh portion for some hours with chloral hydrate solution.

Examine also the crude fiber obtained in the chemical analysis, as in this material the stone cells and other tissues are beautifully distinct.

To isolate stone cells, bast fibers, and other thick-walled cells, macerate a portion of the sample in Schultze's liquid, using such proportion of potassium chlorate and nitric acid

and heating for such a time as secures the desired results. Powdered charcoal and charred shells resist the bleaching action of potash, chloral hydrate, and Schultze's liquid, the fragments after, as before the treatment, being black and opaque.

If it is desired to distinguish cellulose from infiltrated substances (lignin, suberin, etc.), add to a water mount freshly prepared chlorzinc iodin, which colors the former blue and the latter yellow.

As a test for proteids, cautiously warm, on a slide, with a drop of freshly prepared Millon's reagent. The proteids are partially disorganized, taking on gradually a brick-red color. If it is desirable to study the form of the aleurone (proteid) granules, which in some plants are quite as characteristic as starch granules, prepare a mount in pure glycerin or oil.

To distinguish fats, oils, essential oils, and resins from other cell contents, treat for an hour with alkanna tincture diluted with an equal bulk of water, which imparts to these substances a deep red color; or treat with ether, which dissolves them. Treat also with alcohol, which dissolves the essential oils and resins but does not perceptibly affect the fats and oils.

In testing for tannins and tissues impregnated with those substances, add ferric acetate or chlorid solution. Both of these reagents give with tannins a green or blue color, but the former acts more slowly and is to be preferred.

Crystals of calcium oxalate are recognized by their characteristic forms and their deportment with polarized light. To distinguish calcium oxalate from calcium carbonate, treat with acetic acid, which does not affect the former but dissolves the latter with effervescence. Both are soluble in hydrochloric acid.

VINEGAR.

113. — *Determination of specific gravity.*

Proceed as directed under Wines.

114. — *Determination of total solids or extract.*

Evaporate 10 cc to a sirupy consistency, dry for 2 1/2 hours at the temperature of boiling water, cool and weigh.

115. — *Determination of ash.*

Use the method employed in case of Wines.

116. — *Determination of solubility, alkalinity, and phosphoric acid of ash.*

Evaporate 25 cc. to dryness, burn, cool, weigh; extract the ash repeatedly with hot water; dry and ignite the filter with undissolved residue, cool and weigh, and calculate as insoluble ash.

Titrate the aqueous extract with decinormal acid.

Acidulate the neutralized solution with nitric acid; also treat the insoluble ash with nitric acid, and precipitate the phosphoric acid from the two solutions separately by molybdate solution. The yellow precipitates, after solution in ammonia, may either be treated with magnesia mixture, or reduced with zinc and sulphuric acid and titrated with standard permanganate solution.

117. — *Determination of total acidity.*

Dilute 12 gr. until the solution appears very slightly colored when viewed against a white background, and titrate with half-normal sodium hydroxid.

118. — *Determination of volatile and fixed acids.*

a) *Volatile acids.* — Heat 15 cc to boiling, adding a little tannin if foaming occurs; then lower the flame and pass a current of steam through the vinegar to a condenser. Continue the operation until 15 cc of distillate shows no acidity. Titrate the combined distillate with half-normal sodium hydroxid.

b) *Fixed acids.* — Deduct volatile acids from total acids. Or dilute the nonvolatile residue from the distillation with water until the solution appears nearly clear against a white background. Titrate with half-normal sodium hydroxid. When 15 cc are taken, multiply the number of cubic centimeters of half-normal alkali solution employed by 0.163 for the percentage of fixed acids expressed in terms of sulphuric acid, or by 0.223 to express in terms of malic acid.

119. — *Detection of free mineral acids.*

a) *First method.* — Prepare an extract of logwood by pouring 100 cc of boiling water upon 2 grams of fresh logwood chips, allowing the decoction to stand for a few hours and filtering. Separate drops are spotted on a porcelain surface and dried. Add to one of the spots a drop of the vinegar; again evaporate to dryness. A yellow tint remains if free mineral acids are absent, a red tint if present.

b) *Second method.* — To 5 cc of vinegar add 5 or 10 cc of water and 4 or 5 drops of an aqueous solution of methyl-violet (one part of methyl-violet 2B in 10,000 parts of water). The occurrence of a blue or green color indicates the presence of a free mineral acid.

120. — *Determination of free mineral acids.*

a) *Hilger's method.* — Neutralize 20 cc exactly with half normal alkali. Evaporate to one-tenth volume, add a few drops

of methyl-violet solution, dilute with 3 or 4 cc of water, if needful, to secure a clear solution, bring to boiling, and titrate with half normal sulphuric acid till a green or blue color begins to appear. The difference, in cubic centimeters, between the seminormal alkaline and acid reagents added, multiplied by the factor 0.1225, expresses the percentage of mineral acid present, in terms of sulphuric acid.

b) *Hehner's method.* — To a weighed quantity of the sample add excess of decinormal alkali, evaporate to dryness, incinerate and titrate the ash with decinormal acid. The difference between the number of cubic centimeters of alkali added in the first place and the number of cubic centimeters needed to titrate the ash, represents the equivalent of the free acid present.

121. — *Determination of oxalic acid.*

The presence of oxalic acid may be detected and its quantity determined by addition of a solution of calcium sulphate to a measured quantity of the vinegar.

122. — *Determination of alcohol.*

Carefully neutralize 100 cc of the vinegar and distill over 40 cc; redistill the distillate until 20 cc has passed over; cool to 15.5° C. and make up to 20 cc with distilled water. Determine the specific gravity by means of a pycnometer and calculate the percentage by weight, by table.

123. — *Detection of coloring matters.*

To detect caramel, use Amthor's method.

A further test of the caramel may be made by boiling the aqueous solution of a portion of the precipitate obtained by Amthor's method, with Fehling's solution; caramel has a reducing action.

In the case of wine vinegars, test for foreign red colors may be made according to the methods given under Coloring matters.

124. — *Detection of foreign pungent materials.*

Neutralize, evaporate and test the concentrated solution by taste; then agitate the liquid with ether, remove and evaporate the ethereal layer, and apply the same test to the residual ethereal extract.

125. — *Detection and determination of metallic poisons.*

Evaporate from 200 to 500 cc to dryness; in case of vinegars rich in solids, add a little sodium hydroxid and potassium nitrate; incinerate. The ash is dissolved in hydrochloric acid and the solution subjected to examination by methods indicated for the analysis of Canned vegetables.

126. — *Detection of preservatives.*

Salicylic and benzoic acids may be separated by agitation with ether and detected in the residue left upon evaporation of the ether.

Boric acid may be detected in the ash left upon the evaporation and incineration of the vinegar after neutralization by alkali.

From 100 cc of the vinegar distill 20 cc. To a portion of the distillate add a few drops of milk; float the liquid upon 90 to 94 per cent sulphuric acid to which a little ferric chlorid has previously been added. A violet ring appears at the point of separation of the liquids, if formaldehyde is present. Acetaldehyde does not produce this reaction, the color being yellowish green changing to brown.

A portion of the distillate prepared as above may, after the addition of a few drops of milk, be treated with a drop of con-

centrated aqueous ferric chlorid solution, agitated and well mixed with a nearly equal volume of concentrated hydrochloric acid. Warm below boiling with constant agitation. Shortly before ebullition a purple coloration of the casein appears, if formaldehyde be present; it is not produced by acetaldehyde.

127. — *Determination of the source of a vinegar.*

The *quantity of the solids* is often distinctive. The range for the principal vinegars is : Cider vinegar, 1.18 to 8.04; average, about 2.5. Malt vinegar, 1.75 to 6.0; average about 3.0. Spirit vinegar, 0.13 to 0.78; average, about 0.3. Wine vinegar, 1.38 to 3.19; average, 1.9. The quantity of solids in sugar and glucose vinegars varies with the conditions of manufacture, sometimes corresponding closely with that of fruit vinegars. That of wood vinegar resembles the quantity in spirit vinegars.

The quality of the vinegar solids, as a whole, is usually characteristic. The *consistency* of that from cider is thick and viscid or mucilaginous; that from sugar, glucose, or malt is somewhat more glutinous. The *odor* of baked apples is notable in cider-vinegar solids, that of molasses is often apparent in sugar-house vinegar, and that of malt vinegar is usually distinctive. Te *flavor* of cider-vinegar solids is acid and somewhat astringent; in these respects wine vinegar resembles it. The bitter taste of caramel is usually observed in sugar-house vinegar solids and in those from colored spirit and wood vinegars. On burning the solids, the apple odor is developed by cider vinegar, that of burnt sugar by sugar-house vinegar, and that of scorched corn by glucose vinegar. *The solubility of the solids in alcohol* marks fruit vinegars— except a granular residue of tartar in grape vinegar — while the solids of malt and glucose vinegars are only very slightly dissolved.

The quantity of the ash is useful in distinguishing spirit

and wood vinegars from fruit and malt vinegars, the quantity in the former case rarely exceeding 0.1 per cent, in the latter rarely falling below 0.2. The range for pure cider vinegar is 0.19 to 0.57; average about 0.35 per cent.

The quality of the ash is far more indicative. The *alkalinity* is, for cider vinegar 26 to 65, average 39; for malt vinegar 5.5, and for spirit vinigar 1.1. *The quantity of phosphoric acid* in the ash, expressed in milligrams per 100 grams of the vinegar, ranges in case of pure cider vinegar from 9 to 39; in malt vinegar it is variously stated to range from 9 to 12.5 and from 50 to 100; while the ash of spirit vinegar shows traces only. The *solubility of the phosphoric acid* in cider vinegar is high, 50 to 75 per cent of the amount; no soluble phosphoric acid is found in the ash of spirit vinegar.

The flame reaction obtained by igniting a drop of the solids upon a loop of platinum wire in a colorless flame is, in case of cider vinegar, exclusively that of potash; solids obtained from artificially colored vinegars, sugar, spirit, and glucose vinegars always give the sodium flame.

The optical activity of vinegars is often characteristic. Pure cider vinegar is slightly lævorotatory. Vinegar containing unfermented apple solids will be much more highly lævorotatory; wine vinegar is also slightly lævorotatory. On the other hand, vinegar from sugarhouse wastes is dextrorotatory before and lævorotatory after inversion; that from glucose dextrorotatory both before and after inversion.

The *ratio of reducing sugars, after inversion, to total solids* is a means of distinguishing genuine cider vinegar from spirit vinegar supplied with solids from cider jelly. Where they constitute 50 per cent or more of the solids, the vinegar may be regarded as not pure cider vinegar or as incompletely fermented cider which had begun acetification.

The *ratio of ash to solids* is also indicative. In cider vinegar the ratio ranges from 4.6 to 17.1, average 9.0; that of pure spirit — malt and wine vinegar — averages 5 to 8.

The *quantity of nitrogen* serves to distinguish malt vinegars

from such as are derived from saccharine liquids, low wines, or wood acids. Calculated as albuminoids, the amount in malt vinegars is 0.65 to 0.7 per cent; in cider vinegars, 0.006 to 0.024 per cent; in sugar, glucose, spirit, and wood vinegars, much less.

The *presence of alcohol* in vinegars derived from alcoholic liquids often serves to distinguish them from wood vinegar.

The presence of *tartar* distinguishes wine vinegar. Allen's method for thist test is as follows : Treat the residue left from evaporation of the vinegar, with alcohol; a granular residue of tartar remains undissolved.

The *adulteration of wine vinegar* by addition of *free tartaric acid* is proved in a similar manner. The alcoholic solution of the extract is treated with an alcoholic solution of potassium acetate; upon stirring the mixture with a glass rod, streaks and probably a distinct precipitate of tartar will be deposited.

The presence of *malic acid* distinguishes cider vinegars. Failure to obtain a precipitate upon the addition of a few drops of neutral lead acetate to 10 cc of a vinegar, proves it not to be cider vinegar; if a precipitate be obtained, parallel tests with silver nitrate and barium chlorid should be made.

Dextrin is often found in glucose vinegar and is precipitated from the concentrated vinegar upon addition of three or four volumes of strong alcohol. Dextrin is also of general occurrence in malt vinegar.

Wood vinegar is quite commonly marked by the presence of *empyreumatic matters*. The method used for their detection depends upon the immediate reduction of 1 cc of a 0.1 per cent solution of potassium permanganate when added to 10 cc of the liquid to be tested. This test is not applicable in the presence of caramel or the reducing sugars.

Microscopic examination may establish the absence of alcoholic and acetic ferments; in such event, the article is shown to be distilled vinegar.

TINCTURE OF VANILLA.

128. — *Determination of total solids.*

Weigh 25 grams into dish which contains enough freshly ignited asbestos to absorb it; dry from twenty to twenty-four hours.

129. — *Determination of ash.*

Weigh about 10 grams, evaporate to dryness, heat slowly until intumescence ceases, and ignite at a low red heat until a white ash is obtained.

130. — *Examination of ash.*

Proceed as directed under Food preservatives.

131. — *Detection and determination of coumarin and vanillin.*

Dealcoholize 50 grams at a temperature of about 80° C.; add water from time to time to retain the original volume. Add normal lead acetate solution, drop by drop, until no more precipitate forms. Filter; wash with hot water. Cool the filtrate and extract with ether. Place the ether extract in a clean separatory funnel and shake out repeatedly with from 5 to 10 cc of 7 per cent ammonia.

Wash the ether solution into a dish and allow the ether to evaporate. Extract the residue by treating it with 5 to 10 cc of a petroleum fraction boiling between 30° and 40 C. Allow the petroleum ether to evaporate; dry in a desiccator over sulphuric acid and weigh as coumarin. The residue should be crystalline and have a melting point of 67° C, with the characteristic odor of coumarin.

Slightly acidulate the ammoniacal solution with 10 per cent

hydrochloric acid. Cool and shake out with 10 cc of chloroform, repeating the process. Evaporate the chloroform and dry at a temperature not exceeding 55°. Wash the residue with boiling petroleum ether. Evaporate the petroleum ether and dry. Weigh the residue as vanillin. This should be crystalline and have a melting point of 80° to 81°, with the characteristic odor.

132. — *Distinction of true extract of vanilla from liquid preparations of vanillin.*

The vanilla extract contains among its many « extractive matters » certain resins of a dark red to brown color. In cheap extracts an alkali is added to aid in getting resin, gums, etc., in solution.

Place 50 cc in a dish and evaporate the alcohol. Make up about the original volume with hot water. Acidify with acetic acid. Collect the resin on a filter and wash with water.

Place a portion of the filter with the attached resin in a few cubic centimeters of dilute caustic potash : the resin is dissolved to a deep red solution. Acidify : the resin is thereby precipitated.

Dissolve a portion of the resin in alcohol; to one fraction add a few drops of ferric chlorid; no striking coloration is produced. To another portion add hydrochloric acid; again there is little change in color.

To a portion of the filtrate obtained above add a few drops of basic lead acetate. The precipitate is so bulky as to almost solidify, due to the excessive amount of organic acids, gums, and other extractive matter. The filtrate from this precipitate is nearly, but not quite, colorless.

Test another portion of the filtrate from the resin for tannin with a solution of gelatin. Tannin is present in small quantities.

133. — *Determination of cane sugar.*

See methods given under Fermented and distilled liquors.

134. — *Determination of alcohol.*

Proceed as directed under Fermented and distilled liquors.

135. — *Tests for caramel.*

Preliminary test. — If on shaking the bottle of vanilla the bubbles formed are of a bright caramel color, and they keep this color until the very last are gone, it indicates presence of caramel.

Lead acetate test. — The coloring matter present in vanilla is almost completely removed when the dealcoholized extract is treated with a few cubic centimeters of basic lead acetate solution. When caramel is present, the filtrate and precipitate, if any, have the color of caramel.

Phenylhydrazin hydrochlorid test. — To 20 cc of the extract add 1 cc of zinc chlorid (5 per cent solution), and then add 1 cc of a 2 per cent solution of potassium hydroxid, stir, filter and wash the precipitate with hot water. Dissolve the precipitate in 10 cc or more of a 10 per cent solution of hot acetic acid; evaporate to 5 cc. Neutralize the excess of acetic acid with potassium hydroxid solution and divide the solution equally in two test tubes. Add to each 5 to 10 cc of a solution of phenylhydrazin hydrochlorid and sodium acetate (prepared by dissolving 2 grams of phenylhydrazin and 3 grams of sodium acetate in 15 cc of water). Let one tube stand overnight. Heat the other on a water bath for half an hour. A brown precipitate will be obtained in both cases if caramel be present.

Fullers' earth may be substituted for zinc hydroxid. In such case, stir or shake a small amount of the earth with the extract, filter and wash wit cold water. Extract the caramel with boiling water. Test the concentrated water solution with phenylhydrazin as above.

SPIRITS OF LEMON.

136. — These extracts are made by the solution of oil of lemon or its more soluble constituents in alcohol of varying strength.

Oil of lemon contains nearly 90 per cent of terpenes, largely d-limonene, giving the oil a rotary power of 59 to 64 circular degrees at 20° F. The aromatic constituents are oxygenated bodies, the principal of which is citral. The latter bodies, being more soluble in weak alcohol, frequently constitute the chief flavoring substance present in pure extracts of the cheaper quality.

Extracts of the highest strength and purity are made by solution of the whole oil of lemon in deodorized alcohol. The lowest quality of adulterated extracts may contain minute amounts of citronella aldehyde or citral obtained from « lemon grass » *(Andropogon citratus)*, together with aromatic or pungent tinctures, such as mace or capsicum.

137. — *Determination of total residue.*

Evaporate 10 grams at a temperature below the boiling point of the alcohol. In the absence of glycerol, dry to a constant weight at 100° C.

Examine the residue for sugar and glycerol.

The presence of capsicum may be readily detected by taste.

138. — *Determination of glycerol.*

Proceed as directed under Fermented and distilled liquors.

139. — *Determination of ash.*

Ignite the residue from 10 grams of the extract at a dull red heat.

Where the extract has been made with insufficient alcohol to effect complete solution of the oil, the liquid is frequently clarified by filtration with magnesia; in which case the latter substance may be detected in the ash.

140. — *Determination of specific gravity.*

As directed under Fermented and distilled liquors.

141. — *Determination of alcohol.*

a) Dilute 50 cc to 200 cc; pour into a flask containing 5 grams of carbonate of magnesia. Stopper, shake well, and filter. Determine the alcohol in 150 cc of the filtrate, as directed under Fermented and distilled liquors.

b) In the absence of appreciable quantities of solids or glycerol, calculate the alcohol approximately from the specific gravity of the extract, using table.

142. — *Detection of methyl alcohol.*

These methods consist in the conversion of the alcohols to aldehydes, the removal of acetaldehyde, and the detection of formaldehyde when produced.

Dilute a portion of the distillate obtained in the determination of alcohol until the liquid contains approximately 12 per cent of alcohol by weight.

Oxidize 10 cc of the liquid in a test tube with an heated coil of copper wire. Cool the liquid in the test tube meanwhile by immersion in water.

Remove for a separate test 10 drops of the liquid so oxidized to a small porcelain capsule and reserve this.

a) *Removal of the acetaldehyde by Prescott's method.* — Add to the liquid remaining in the test tube 6 cc of a 3 per cent solution of hydrogen peroxid. Mix and filter. Add 2 cc of a 10 per cent solution of sodium thiosulphate.

Test for formaldehyde. — Add 3 cc of a phloroglucin solution (made by dissolving 1 gram of phloroglucin and 20 grams of sodium hydroxid in sufficient water to make 100 cc) : a bright red coloration indicates the presence of methyl alcohol in the original sample.

For comparison, test the ten drops reserved after the addition of 10 cc of milk as directed under Food preservatives, using care not to boil the mixture.

b) *Removal of acetaldehyde by method of S. P. Mulliken.* — Oxidize 5 cc of the diluted alcohol as directed above. Add 1 cc of strong ammonia and expel the acetaldehyde by boiling gently until the vapor ceases to smell of ammonia. Add 2 to 3 drops of strong hydrochloric acid to set free the formaldehyde which has been retained as hexamethyltetramin, and bring the liquid momentarily to a boil; cool promptly.

Test for formaldehyde. — Add 1 drop of a solution containing 1 part of resorcin in 200 parts of water, and pour the mixture cautiously into a test tube containing 3 cc of concentrated sulphuric acid, holding the tube in an inclined position in such a manner that the two liquids shall not mix. Allow it to stand 3 minutes, then sway the tube slowly from side to side in such a manner as to produce a gentle rotary motion of the two layers. Nearly half of the acid should remain as a distinct unmixed layer at the end. When methyl alcohol is present, the shaking causes the separation of more or less voluminous flocks of a very characteristic rose-red color.

143. — *Determination of lemon oil.*

a) *By polarization.* — Polarize in a 200-mm tube at a temperature of 20° C., using the sugar scale. Divide the reading by 3.2 and, in the absence of other optically active substances, the result will be the percentage of lemon oil by volume.

If cane sugar is present, wash the « solid residue » from 10 cc of sample with ether, dry and weigh the residue,

deducting 0.38 from the reading for each 0.1 per cent of sugar so found.

b) *By precipitation.* — Pipette 20 cc of the extract into a Babcock milk flask; add 1 cc dilute hydrochloric acid (1:1); add 25 to 28 cc of water previously warmed to 60° C.; mix and stand in water at 60° for five minutes; whirl in centrifuge for five minutes; fill with warm water to bring the oil into the graduated neck of the flask; repeat whirling for two minutes; stand in water at 60° for a few minutes and read the per cent of oil by volume. Where the oil of lemon is present in amounts over 2 per cent add to the percentage of oil found 0.4 per cent to correct for the oil retained in solution. Where less than 2 per cent and more than 1 per cent is present, add 0.3 per cent for correction.

Save the precipitated oil for the determination of refraction.

144. — *Determination of refraction of precipitated oil.*

a) Determine the refractive index of the precipitated oil as directed under Edible oils and fats. Compare with similar precipitated oil from standard extract.

b) Place a few drops of the oil obtained above in a Zeiss butyro-refractometer at a temperature of 30°. Normal oil will have a refraction of 67° to 72° and a dispersion of 2°.

Limonene and most commercial adulterants give a higher reading, with the exception of citronella aldehyde and oil of turpentine.

145. — *Detection of coloring matters.*

Follow directions given under Coloring matter.

For Arata's test the « total residue » may be used after the solution in water.

Upon the addition of hydrochloric acid in the determination

of oil by precipitation, valuable indications as to the color are frequently given : tartrazin, napthol yellows and curcuma retain their color; a pink or red coloration indicates a tropaeolin; Martius' yellow and salts of di-nitrocresol are precipitated with decolorization of the extract.

FRUITS AND FRUIT PRODUCTS.

146. — *Determination of total solids.*

a) *In juices, jellies, and sirups.* — 1° *By direct determination.* — Measure 25 cc of a 20 per cent solution of jelly, or weigh 25 grams of juice, into a dish which contains about 4 or 5 grams of freshly ignited asbestos; dry for from 20 to 24 hours in a water-jacketed oven.

2° *By calculation from specific gravity.* — Determine the specific gravity of the solution of jelly or diluted sirup, or of the juice, and calculate the solids from table.

b) *In fresh fruits, jams, marmalades, preserves, and canned goods.* — Weigh about 20 grams of pulped fresh fruit, or such an amount of fruit products as will give not more than 3 to 4 grams of dried material, into a dish containing ignited asbestos; add a few cubic centimeters of water, mix thoroughly, and dry.

147. — *Determination of insoluble solids.*

a) *Kremla's method modified.* — Weigh 50 grams; transfer by the aid of warm water to a mortar and thoroughly macerate, then transfer to a muslin filter and wash thoroughly with warm water. Dry, and weigh.

b) *German official method.* — Transfer a weighed portion of the fruit product to a graduated flask, add water, shake thoroughly and make up to volume. Allow this to settle and

either filter or decant off the supernatant liquid. Take an aliquot for the determination of soluble solids. Total solids less soluble solids equals insoluble solids.

148. — *Determination of alcohol.*

Determine alcohol in 50 grams according to the method prescribed under Fermented and distilled liquors.

149. — *Determination of ash.*

Evaporate to dryness 50 cc of the solution of jelly or diluted sirup, 25 grams of juice or fresh fruit, or 10 grams of jam, marmalade, preserves, or canned fruit; then thoroughly char at as low a heat as possible, extract with water, filter, and wash. Return the filter paper and insoluble material to the dish and thoroughly ignite; add the soluble portion and evaporate the whole to dryness after adding a few cubic centimeters of a solution of ammonium carbonate; then heat for a moment to very low redness; cool and weigh.

150. — *Examination of ash.*

a) *Alkalinity of the ash.* — Add an excess of fifth-normal nitric acid and titrate the excess of acid with decinormal potassium hydroxid. Calculate the alkalinity to per cent of potassium carbonate.

b) *Sulphates and chlorids.* — Wash the ash into a 50-cc flask and make up to the mark with water. In 25 cc of this solution determine the sulphates by precipitation with barium chlorid. Calculate as potassium sulphate.

In the other portion of the solution determine the chlorids by the Volhard method. Calculate as sodium chlorid.

Pure fruit jellies and jams give practically no chlorids or sulphates in this amount of ash, but glucose goods give appreciable amounts.

151. — *Determination of total acidity.*

Take 25 cc of the solution of jelly or diluted sirup, 10 grams of juice or fresh fruit, or 50 cc of the washings from the determination of insoluble solids; dilute to about 250 cc, titrate the acid with decinormal potassium hydroxid. Calculate as sulphuric acid.

152. — *Determination of volatile acids.*

Dissolve 25 grams, dilute to 50 cc, and distill in a current of steam until about 200-cc have passed over. Titrate the distillate with decinormal potassium hydroxid and express the results as acetic acid.

153. — *Detection of free mineral acids.*

See Hehner's method, under Vinegar.

154. — *Determination of nitrogen.*

Use 5 grams of jelly or other fruit product or 10 grams of juice or fresh fruit for the determination according to either the Gunning or the Kjeldahl method. Express results as protein (nitrogen multiplied by 6.25).

155. — *Polarization.*

Dissolve half the normal weight of jelly or other fruit product, or the normal weigt of juices or fresh fruits, in a sufficient quantity of water in a 100-cc flask, add an excess of lead subacetate (from 5 to 10 cc), filter and polarize in a 200 mm tube, observing the temperature of the solution.

Invert 50 cc of this solution using 5 cc of hydrochloric acid and heating to 68° C. in 15 minutes. Polarize in a 220-mm tube at the same temperature as was employed in making the direct reading.

156. — *Determination of cane sugar.*

a) *By polarization.* — Calculate cane sugar from the direct and the invert readings according to Clerget's formula. (See under Saccharine products.)

b) *By inversion.* — Treat 5 grams of jelly, sirup, or other fruit product, or 25 grams of juice or fresh fruit with lead subacetate in excess, and, after making up to 100 cc and filtering, invert 50 cc in a 100-cc flask with 5 cc of hydrochloric acid. After inversion neutralize the acid with sodium hydroxid, precipitate excess of lead with sodium sulphate and increase in volume to 100 cc. Filter and dilute so that the solution does not contain more than 1 per cent of reducing sugar.

157. — *Determination of reducing sugars.*

Treat 5 grams of jelly, sirup, or other fruit product, or 25 grams of juice or fresh fruit with lead subacetate in excess (2 to 5 cc); make up to 100 cc and filter. Transfer from 25 to 50 cc to a 100-cc flask and add a saturated solution of sodium sulphate to precipitate the excess of lead; complete the volume to 100 cc and use the filtered solution for the determination of reducing sugars (Allihn's method).

158. — *Determination of dextrin.*

Dissolve 10 grams of the sample in a 100-cc flask; add 20 mg of potassium fluorid and then about one-quarter of a cake of compressed yeast. Allow the fermentation to proceed below 25° C. for 2 or 3 hours to prevent excessive foaming, and then place in an incubator at a temperature of from 27° to 30° C. for 5 days. At the end of that time, clarify with lead subacetate and alumina cream; make up to 100 cc and polarize in a 200-mm tube. A pure fruit jelly will show a rotation of not more than a few tenths of a degree either to the right or to the left.

159. — *Determination of alcohol precipitate.*

Take 100 cc of a 20 per cent solution of jelly, diluted sirup, or of the washings from the determination of insoluble solids, and evaporate to 20 cc; then add 200 cc of 95 to 96 per cent alcohol and allow the mixture to stand overnight. Filter and wash with 80 per cent alcohol. Wash this precipitate with hot water into a dish; evaporate; dry at 100° C. and weigh; then burn off the organic matter and weigh the residue as ash. The loss in weight upon ignition is called alcohol precipitate.

The general appearance of the alcohol precipitate is one of the best indications as to the presence of glucose and dextrin. Upon the addition of alcohol to a pure fruit product a flocculent precipitate is formed with no turbidity, while in the presence of glucose a white turbidity appears at once, and a thick, gummy precipitate forms.

160. — *Determination of tartaric, citric, and malic acids.*

Use the filtrate from the alcohol precipitate. After evaporating off the alcohol and taking up the acids with water, add lead subacetate until the solution is alkaline, then filter and wash the precipitate until only a slight amount of lead remains in the washings. Wash the precipitate off the filter paper into a beaker with hot water, precipitate the lead by hydrogen sulphid and filter off the lead sulphid while hot, washing with hot water. Evaporate the filtrate to about 50 cc, neutralize exactly with potassium hydroxid, add an excess of strong solution of neutral calcium acetate, and allow to stand from 6 to 12 hours. Throw the precipitate of calcium tartrate on a filter and wash until filtrate and washings make exactly 100 cc; ignite the filter and precipitate, and determine the lime and tartaric acid by titration. A correction of 0.0286 grams of tartaric acid, which is held in solution in the 100 cc of washings as calcium tartrate, must be added.

Now evaporate the filtrate down to about 20 cc, and if a precipitate of calcium citrate is formed filter it off hot, wash with hot water, ignite, and titrate the lime. From this calculate the citric acid.

Again evaporate the filtrate to about 20 cc and add 3 volumes of 96 per cent alcohol by volume, which will throw down the calcium salt of tartaric acid held in solution, the rest of the citrate, and the malate and succinate. Filter this off, ignite, titrate, and calculate as malic acid, after subtracting the tartaric acid present, as the amount of citric and succinic acid present is very small.

161. — *Determination of tartaric acid.*

To 100 cc of the fruit juice add 2 cc of glacial acetic acid, 2 or 3 drops of a 20 per cent potassium acetate solution and 15 grams of pure finely powdered potassium chlorid, dissolve this by shaking, and then add 20 cc of 96 per cent alcohol. Then stir vigorously for one minute, rubbing the walls of the beaker with the glass stirring rod. Allow to stand 15 hours at room temperature. Filter and wash te precipitate onto a Gooch crucible with a mixture of 15 grams of potassium chlorid, 20 cc alcohol, and 100 cc water, but so that not more than 20 cc in all of the wash solution is used. The precipitate and asbestos filter are washed back and heated to boiling. While still hot the solution is titrated with decinormal alkali. To the amount of alkali used must be added 15 cc for the potassium bitartrate remaining dissolved in the solution.

162. — *Determination of citric acid.*

50 cc of the fruit solution is evapored to a sirupy condition. Add 95 per cent alcohol until no further precipitate is formed. Filter and wash the residue with 95 per cent alcohol. Evaporate the filtrate to eliminate the alcohol, take up the residue with a little water and transfer to a graduated cylin-

der, making up to 10 cc. To 5 cc of this solution add half a cubic centimeter of glacial acetic acid, and to this add, drop by drop, a saturated solution of lead acetate. The presence of citric acid is shown by the appearance of a precipitate which possesses the property of disappearing on being heated and reappearing on cooling. Heat to boiling, filter, and wash with boiling water; then allow to cool and the precipitate of lead citrate will re-form. Filter, wash into weak alcohol, dry, weigh.

If the tartaric acid has been estimated, any error on this account may be avoided by adding enough decinormal potash to neutralize the tartaric acid before the alcohol is added.

163. — *Detection of preservatives.*

Dissolve about 25 grams in water, acidify, extract with ether, allow to evaporate. The residue may contain salicylic and benzoic acids and saccharin. See Food preservatives.

164. — *Detection of coloring matter.*

Follow directions given on Coloring matter.

165. — *Detection of artificial sweetening materials.*

Follow directions given under Wine.

166. — *Detection of starch.*

Bring the solution of jelly nearly to the point of boiling, add several cubic centimeters of dilute sulphuric acid and then potassium permanganate until all color is destroyed, and then test with iodin.

The test for starch is not necessarily an indication of its addition. It is almost always present in the apple, and occasionally in other fruits.

167. — *Detection of gelatin.*

The presence of gelatin in jellies and jams is shown by a higher content of nitrogen. Precipitate a concentrated solution with 10 volumes of absolute alcohol and determine nitrogen in dried precipitate by the Gunning method.

168. — *Detection of agar agar.*

Cook the jelly with 5 per cent sulphuric acid, add a crystal of potassium permanganate and allow to settle. If agar is present the sediment will be rich in diatoms, which can be detected by use of microscope.

169. — *The determination of heavy metals.*

If much water is present evaporate the material to a sirupy consistency. Treat 100 grams with sufficient (from 15 to 25 cc) concentrated sulphuric acid to thoroughly carbonize the mass. Ash, slightly acidify with hydrochloric acid, and boil for a few moments. Methods for separation and determination of metals are given under Canned vegetables.

WINE.

170. — *Determination of specific gravity.*

At the temperature of 15.6° C. by means of the pycnometer, a small accurately graduated hydrometer, the Westphal balance, or a Westphal plummet on the analytical balance.

171. — *Determination of alcohol.*

Measure 100 cc of the liquid; add 50 cc of water; attach the flash to a vertical condenser and distill 100 cc. Foaming

may be prevented by the addition of tannin. In wines which contain a large amount of acetic acid, 0.1 or 0.2 gram of precipitated calcium carbonate should be added. Determine the specific gravity of the distillate and obtain the corresponding percentage of alcohol from table.

172. — *Determination of glycerol.*

Evaporate 100 cc to a volume of about 10 cc and treat the residue with about 5 grams of fine sand and with from 1.5 to 2 cc of milk of lime for each gram of extract present, and evaporate almost to dryness. Treat the moist residue with 5 cc of 96 per cent alcohol, and rub the whole mass to a paste, with the addition of a little more alcohol. Heat to incipient boiling, and decant the liquid into a flask graduated at 100 and 110 cc. Wash the residue repeatedly by decantation with 10 cc portions of hot 96 per cent alcohol. Cool the contents of the flask to 15°, dilute to the 110-cc mark with 96 per cent alcohol, and filter through a folded filter. Evaporate 100 cc of the filtrate to a sirupy consistency, transfer the residue to a small glass-stoppered graduated cylinder with 20 cc of absolute alcohol, and add three portions of 10 cc each of absolute ether, mixing after each addition. Let stand until clear, then pour off through a filter, and wash the cylinder and filter with a mixture of one part absolute alcohol to one and one-half parts of absolute ether, pouring the wash liquor also through the filter. Evaporate the filtrate to a sirupy consistency, dry for one hour at the temperature of boiling water, weigh, ignite, and weigh again. The loss on ignition increased by one-tenth gives the glycerol expressed in grams per 100 cc.

173. — *Determination of extract.*

a) *From specific gravity of dealcoholized wine.* — By the formula :

$$sp = 1 + x - x'$$

in which x is the specific gravity of the wine, x' the specific gravity of the alcoholic distillate.

The extract content equivalent to *sp* is obtained from table.

b) *By evaporation.* — α. *In dry wines (having an extract content of less than 3 grams per 100 cc.)* — Evaporate 50 cc of the sample on the water bath to a sirupy consistence in a flatbottom platinum dish about 85 mm in diameter and capable of holding about 75 cc. Heat the residue for two and a half hours in a drying oven at the temperature of boiling water and weigh.

The sugar-free extract is found by deducting the weight of sugar in excess of 0.1 gram per 100 cc from the total residue.

In the case of plastered wines, the potassium sulphate in excess of 0.1 gram is also deducted.

β. *In sweet wines.* — When the extract content is between 3 and 6 grams per 100 cc, treat 25 cc of the sample as described under dry wines. When the extract exceeds 6 grams per 100 cc, however, the result obtained under (a) is accepted.

174. — *Determination of ash.*

Ignite at low redness, until thoroughly charred, the residue from the determination of extract; exhaust with water, filter, and wash. Return the filter paper and insoluble material to the dish and burn to a white ash, add the soluble portion and evaporate the whole to dryness, heat to a low redness, cool in a desiccator, and weigh. With dry wines complete combustion can often be obtained without leaching.

175. — *Determination of total acids.*

Expel any carbon dioxid that is present by continued shaking. Heat 25 cc to incipient boiling, and, in the case of white wines, add about 10 drops of a neutral litmus solution

and titrate while still hot with decinormal sodium hydroxid solution. With red wines, add decinormal sodium hydroxid solution until the red color changes to violet, and continue adding a few drops at a time until a drop of the mixture placed on delicate neutral litmus paper ceases to show an acid reaction. The result is expressed in terms of tartaric acid.

176. — *Determination of volatile acids.*

Distill, in a current of steam, 50 cc of wine, to which a little tannin has been added to prevent foaming, until 200 cc. have been collected; titrate with decinormal sodium hydroxid solution, and express the result as acetic acid.

177. — *Determination of sugar.*

a) *Preparation of solution.* — Neutralize 200 cc with sodium hydroxid and evaporate to about one-fourth. Transfer to a 200-cc flask, add sufficient basic lead acetate to clarify, dilute to the mark with water, shake, and filter. Transfer 100 cc of the filtrate to a flask graduated at 100 and 110 cc, fill to the upper mark with a saturated solution of sodium sulphate, shake and filter.

b) *Polarization.* — α. *Direct.* — Polarize part of the filtrate in a 200-mm tube, and increase the reading by one-tenth.

β. *Invert,* in order to determine the presence or absence of sucrose. — Fill a flask graduated at 50 and 55 cc to the 50-cc mark with the filtrate from the lead sulphate obtained in (a), add 5 cc of concentrated hydrochloric acid; invert; polarize in a 220-mm tube, and increase the reading one-tenth.

γ. *After fermentation.* — In the case of wines polarizing between + 2.3° and + 0.9°, the use of glucose in their preparation can be proved or disproved after fermentation by the presence or absence of certain unfermentable constituents.

Dealcoholize 200 cc by evaporating to about one-fourth, and add enough water to the residue to make its sugar content less than 15 per cent. Add 2 or 3 grams of compressed yeast, let stand at about 25° C. for four or five days. Evaporate the fermented liquid to a thin sirup after the addition of a little sand and a few drops of a 20 per cent solution of potassium acetate. To the residue add 200 cc of 90 per cent alcohol. Separate the alcoholic solution by filtration and evaporate until about 5 cc remain. Mix the residue with washed bone-black, filter and wash until the filtrate (cooled to 15° C.) amounts to 30 cc.

When the filtrate shows a dextrorotation of more than 1.5°, it indicates the presence of the unfermentable constituents of commercial glucose.

c) *Reducing sugars.* — Dilute a portion of the prepared solution until it does not contain more than 1 per cent of sugar. Use Allihn's method, expressing the results as dextrose.

d) *Cane sugar.* — *α. By reduction.* — Invert a portion of the filtrate obtained in (a) as directed under (b) (β); determine reducing sugars according to (c); deduct from the figure thus obtained the reducing sugars originally present, and multiply the result by 0.95.

β. *By polarization.* — Calculate from the direct and invert polarizations by the Clerget formula.

e) *Commercial glucose.* — α. Wine with not more than 0.1 per cent of reducing sugar, and which polarizes to the left or not more than 0.9° to the right, has not been treated with glucose.

β. Wine with not more than 0.1 per cent of reducing sugar, and which polarizes 0.9° or more to the right, may contain dextrin and the unfermentable constituents of commercial glucose.

γ. If the reducing sugar exceeds 0.1 per cent, examine for the unfermentable constituents.

178. — *Determination of gum and dextrin.*

Evaporate 100 cc to about 10 cc and add 10 cc of 96 per cent alcohol. If gum or dextrin be present (indicated by the formation of a voluminous precipitate), continue the addition of alcohol until 100 cc have been added. Let stand over night, filter, and wash with 80 per cent alcohol. The precipitate may then be dried and weighed, or it may be treated according to Sachsse's method for the determination of starch.

179. — *Determination of tannin and coloring matter.*

Dealcoholize 100 cc by evaporation and dilute with water to the original volume. Take 10 cc; add about a liter of water and exactly 20 cc of indigo solution. Add decinormal potassium permanganate solution, until the blue color changes to green; then a few drops at a time, until the color becomes bright yellow. Designate the number of cubic centimeters of permanganate solution employed by (a).

Treat 10 cc of the dealcoholized wine with boneblack; filter and wash. Add a liter of water and 20 cc of indigo solution and titrate with permanganate as above. Designate the number of cubic centimeters of permanganate solution employed by (b).

Then a — b = c = the number of cubic centimeters of permanganate solution required for the oxidation of the tannin and coloring matter in 10 cc of wine.

Multiply (c) by 0.04157 for tannin and coloring matter, expressed in grams per 100 cc.

180. — *Determination of sodium chlorid.*

Sodium chlorid is obtained by dissolving the ash in water, slightly acidifying with nitric acid, neutralizing with calcium carbonate, and titrating with silver nitrate.

181. — *Determination of potassium sulphate.*

Precipitate sulphuric acid directly in 50 cc of wine by means of barium chlorid. Express the result in grams of potassium sulphate per 100 cc.

182. — *Determination of phosphoric acid.*

Determine phosphoric acid in the ash by the volumetric method.

In case the ash has been used for other determinations, and it is necessary to begin with the original wine, evaporate 100 cc of dry wines and ignite directly. With sweet wines, evaporate 100 cc to a sirupy consistency, add 25 cc of concentrated sulphuric acid and heat with a low flame till the evolution of gas ceases. Add about 75 cc concentrated nitric acid, varm gently, and finally evaporate almost to dryness. Then add 10 cc of concentrated sulphuric acid and a little mercury and boil till the solution clears.

183. — *Determination of tartaric acid and tartrates.*

a) *Total tartaric acid.* — To 100 cc add 2 cc of glacial acetic acid, 3 drops of a 20 per cent solution of potassium acetate, and 15 grams of powdered potassium chlorid. Add 15 cc of 95 per cent alcohol and rub the side of the beaker. Let stand at least 15 hours at room temperature; decant the liquid from the separated acid potassium tartrate through a Gooch crucible. Wash the precipitate and filter three times with 20 cc of a mixture of 15 grams potassium chlorid, 20 cc of 95 per cent alcohol, and 100 cc water. Transfer the asbestos film and precipitate to the beaker in which the precipitation took place, wash out the Gooch crucible with hot water, add about 50 cc of hot water, heat to boiling, and titrate the hot solution with decinormal sodium hydroxid, using delicate litmus tincture or litmus paper as indicator. Increase the

number of cubic centimeters of decinormal alkali employed by 1.5 on account of the solubility of the precipitate.

b) *Cream of tartar.* — Ignite the residue obtained from the evaporation of 50 cc of wine. Exhaust the ash with hot water, add to the filtrate 25 cc of decinormal hydrochloric acid, heat to incipient boiling and titrate with decinormal alkali solution, using litmus as indicator. Deduct from 25 cc the number of cubic centimeters of decinormal alkali employed.

c) *Free tartaric acid.* — Add 25 cc of decinormal hydrochloric acid to the ash of 50 cc of wine, heat to incipient boiling and titrate with decinormal sodium hydroxid, using litmus as indicator. Deduct the number of cubic centimeters of alkali employed from 25 and multiply the remainder by 0.0075 to obtain the amount of tartaric acid necessary to combine with all the ash (considering it to consist entirely of potash). Deduct the figure so obtained from the total tartaric acid.

184. — *Determination of protein.*

Determine nitrogen in 50 cc of wine by the Kjeldahl or the Gunning method, and multiply by 6.25.

185. — *Determination of heavy metals.*

Lead is often found in wine as a result of the use of shot in cleaning bottles, and copper and arsenic may occur in wine made from grapes sprayed with insecticides.

Lead and copper may be determined in 500 or 1,000 cc by the method given under Vegetables.

Arsenic may be detected or determined by the Marsh apparatus, if combustion be effected by the method given under the determination of phosphoric acid.

Copper may be precipitated electrolytically.

186. — *Determination of barium and strontium.*

Evaporate to dryness 100 cc of wine, incinerate, dissolve in dilute hydrochloric acid, evaporate to dryness, and examine the residue spectroscopically. If barium or strontium be present, fuse with sodium carbonate to decompose silicates, dissolve in water and determine by precipitation with sulphuric acid.

187. — *Detection of foreign coloring matter.*

Follow directions given under Coloring Matter.

188. — *Detection of nitrates.*

a) *White wine.* — Treat a few drops with 2 or 3 cc of concentrated sulphuric acid which contains about 0.1 gram of diphenylamin per 100 cc. The deep blue color formed in the presence of nitrates appears so quickly that it is not obscured, even in sweet wine, by the blackening produced by the action of sulphuric acid on the sugar.

b) *Red wine.* — Clarify with basic lead acetate and remove the excess of lead with sodium sulphate. Filter, and treat a few drops of the filtrate as directed under (a).

189. — *Detection of preservatives.*

a) *Salicylic acid.* — Treat about 75 cc with basic lead acetate to clarify, filter, add dilute sulphuric acid (1-3), allow the precipitated lead sulphate to subside, and decant about 50 cc of the supernatant liquid. Extract with ether or chloroform and test for salicylic acid as directed under Food preservatives.

b) *Benzoic acid.* — Acidify about 100 cc with dilute (1-3) sulphuric acid, extract with ether and detect as described under Food preservatives.

The presence of benzoic acid may be confirmed by neutralizing the aqueous solution of the extracted benzoic acid with sodium hydroxid, evaporating to a very small volume, and acidifying with sulphuric acid, when the presence of a large amount of benzoic acid is indicated by the formation of a white flocculent precipitate. The concentrated solution of the sodium salt may be further tested by adding a few drops of phenolphthalein solution, and then a very dilute solution of sodium hydroxid drop by drop, till an alkaline reaction is obtained, and a drop of a 0.5 per cent ferric chlorid solution, which should decolorize the phenolphthalein, when ferric benzoate is precipitated. The appearance of ferric benzoate is markedly different from that of ferric hydroxid, in that it is almost white when viewed by transmitted light and brown by reflected light, whereas ferric hydroxid has a brown color in both cases.

c) *Detection of saccharin.* — Proceed as directed under Food preservatives.

d) *Sucrol or dulcin.* — α. *Morpurgo's method.* — Evaporate about 100 cc to a sirupy consistency after the addition of about 5 grams of lead carbonate, and extract the residue several times with alcohol of about 90 per cent; evaporate the alcoholic extract to dryness; extract the residue with ether, and allow the ether to evaporate spontaneously. Now add 2 or 3 drops each of phenol and concentrated sulphuric acid and heat for about five minutes on the water bath; cool; pour ammonia or sodium hydroxid over the surface. The presence of dulcin is indicated by the formation of a blue zone at the plane of contact.

β. *Jorissen's method.* — Suspend the residue from the ether extract obtained as directed above in about 5 cc of water; add from 2 to 4 cc of an approximately 10 per cent solution of mercuric nitrate, and heat from 5 to 10 minutes on the water bath. In the presence of sucrol, a violet blue color is formed, which is changed to a deep violet by the addition of lead peroxid.

e) *Determination of total sulphurous acid.* — Distill 100 cc in a current of carbon dioxid, after the addition of about 5 cc of a 20 per cent solution of glacial phosphoric acid, until 50 cc have passed over. Collect the distillate in 25 cc of decinormal iodin solution. The method may be simplified by omitting the current of carbon dioxid, adding 10 cc of phosphoric acid instead of 5 cc, and dropping into the distilling flask a piece of sodium bicarbonate weighing not more than a gram immediately before attaching to the condenser.

When the distillation is finished, determine the excess of iodin with standardized thiosulphate solution.

Fairly accurate results may also be obtained by the following method :

Place 25 cc of a solution of potassium hydroxid containing 56 grams per liter in a flask of approximately 200 cc capacity. Introduce 50 cc of wine by means of a pipette, mix with the potassium hydroxid, and allow the mixture to stand for fifteen minutes. Add 10 cc of 1-3 sulphuric acid and a few cubic centimeters of starch solution, and titrate the mixture with a N/50 iodin solution.

f) *Determination of free sulphurous acid.* — Treat 50 cc with about 5 cc of 1-3 sulphuric acid, add a small piece of sodium carbonate (about 0.5 gram), and titrate the sulphurous acid with N/50 iodin solution.

g) *Detection of beta-naphthol.* — Extract 200 cc with 10 cc of chloroform, add a few drops of alcoholic potash to the chloroform extract, and place in a boiling water bath for two minutes. The presence of beta-naphthol is indicated by the formation of a deep blue color, which changes through green to yellow.

h) *Detection of abrastol.* — *α. Sinabaldi's method.* — Make 50 cc alkaline with a few drops of ammonia and extract with 10 cc of amyl alcohol (ethyl alcohol is added if an emulsion be formed). Decant the amyl alcohol, filter if turbid, and evaporate to dryness. Add to the residue 2 cc of a mixture of

equal parts of strong nitric acid and water, heat until half of the water is evaporated, and transfer to a test tube with the addition of 1 cc of water. Add about 0.2 gram of ferrous sulphate and an excess of ammonia, drop by drop, with constant shaking. If the resultant precipitate be of a reddish color, dissolve it in a few drops of sulphuric acid, and add ferrous sulphate and ammonia as before. As soon as a dark-colored or greenish precipitate has been obtained, introduce 5 cc of alcohol, dissolve the precipitate in sulphuric acid, and shake the fluid well and filter. In the absence of abrastol this method gives a colorless or light-yellow liquid, while a red color is produced in the presence of 0.01 gram of abrastol.

β. *Sanglé-Ferrière method.* — Boil 200 cc with 8 cc of concentrated hydrochloric acid for one hour in a flask with reflux condenser attached. Abrastol is thus converted into beta-naphtol and is detected as directed under (g).

i) *Boric acid.* — Boric acid is a normal constituent of wine and its qualitative detection in wine is therefore of little value unless a very heavy reaction is obtained.

For methods of detection and estimation, see under Food preservatives.

j) *Detection of fluorids.* — α. *First method.* — Heat to boiling about 100 grams made slightly alkaline with ammonium carbonate, and precipitate the fluorin with 2 or 3 cc of an approximately 10 per cent solution of calcium chlorid. Continue the boiling for five minutes, separate the precipitate by filtration, wash, dry, and ignite. Add 1 cc of strong sulphuric acid, cover the crucible with a watch glass coated with paraffin or wax, with a character marked through te wax so as to permit the watch glass to be etched at some point, and heat for an hour at a temperature of from 75° tot 80° C.

One milligram can be readily detected. The delicacy of the method is impaired by the presence of a small amount of silica in the ash of the wine.

β. *Second method.* — If it is desired, the preceding method

may be varied by mixing a small amount of precipitated silica with the precipitated calcium fluorid and placing it in a crucible covered by a watch glass which is not coated with paraffin, and to which a drop of water is suspended on the underside. Add 1 cc of concentrated sulphuric acid to the crucible, and heat for an hour at the temperature of 70° or 80° C. The silicon fluorid which is formed is decomposed by the water, leaving a gelatinous deposit of silica, while a ring is frequently etched at the circumference of the drop of water.

Any fluosilicates and fluoborates present will also be indicated by this reaction.

k) *Detection of fluoborates and fluosilicates.* — Make about 200 cc alkaline with limewater, evaporate to dryness, and incinerate. Extract the ash with water, to which sufficient acetic acid has been added to decompose carbonates, filter, burn the insoluble portion, extract with dilute acetic acid, and again filter. The insoluble portion now contains calcium silicate and fluorid, while the filtrate will contain all the boric acid present.

α. *First method.* — Incinerate the filter containing the insoluble portion, mix with a little precipitated silica, and place, with the addition of 1 or 2 cc of concentrated sulphuric acid, in a short test tube which is attached to a small U tube containing a few drops of water. The test tube is now placed in a beaker of water, which is kept hot on the steam bath for from 30 to 40 minutes. If any fluorid be present the silicon fluorid generated will be decomposed by the water in the U-tube and will form a gelatinous deposit on the walls of the tube.

The filtrate is now tested as directed under Boric acid.

If both hydrofluoric and boric acids be present, it is probable that they were combined as borofluorid.

If silicon fluorid be detected and not boric acid, the operation is repeated without the introduction of the silica, in which case the formation of the silicon skeleton is conclusive of the presence of fluosilicate.

β. *Second method.* — Incinerate the filter containing the insoluble portion, mix with a little precipitated silica, and add 1 cc of concentrated sulphuric acid. Cover the crucible with a watch glass to whose underside a drop of water is suspended, and heat an hour at the temperature of 70° or 80° C. The silicon fluorid which is formed is decomposed by the water, leaving a gelatinous deposit of silica.

Test the filtrate for boric acid as described above.

BEER.

190. — *Preparation of sample.*

Transfer the contents of bottle or bottles into a large flask and shake vigorously to hasten the escape of carbon dioxid. The beer may then be poured into a second receptacle from under the foam.

191. — *Determination of specific gravity.*

Follow the directions given under Wine.

192. — *Determination of alcohol.*

Follow the directions given under Wine.

193. — *Determination of extract.*

Ascertain the extract content corresponding to the specific gravity of the dealcoholized beer according to table.

For this purpose employ the formula :

$$sp = g + (1 - a)$$

in which *sp* is the specific gravity of the dealcoholized beer, *g* the specific gravity of the beer, and *a* the specific gravity of the distillate obtained in the determination of alcohol.

In place of this formula, the residue from the distillation of alcohol is sometimes diluted to the original volume, and its specific gravity taken. This is often impracticable owing to the necessity of employing tannin to prevent foaming in the distilling flask, and owing to the coagulation of proteids during the distillation.

The extract of beer can not be accurately determined by evaporation and drying at the boiling point of water, because of the dehydratation of the maltose.

194. — *Determination of original gravity of wort.*

Employ the formula :

$$G = sp + si$$

in which G is the specific gravity of the original wort, sp the specific gravity of the dealcoholized beer and si the amount of saccharine matter destroyed by fermentation, obtained from table.

195. — *Determination of the degree of fermentation.*

Calculate from the formula :

$$D = \frac{100\ sp}{G}$$

in which D is the degree of fermentation, sp the specific gravity of the dealcoholized beer, and G the gravity of the original wort.

196. — *Determination of total acids.*

Heat 20 cc to incipient boiling to liberate carbon dioxid, and titrate with decinormal sodium hydroxid, using neutral litmus paper as indicator. The acidity is expressed as grams of lactic acid per 100 cc.

197. — *Determination of volatile acids.*

Follow the directions given under Wine.

198. — *Determination of reducing sugar.*

Proceed as directed under Wine, but boil four minutes instead of two. Express the result in terms of maltose equivalent to copper reduced.

199. — *Determination of dextrin.*

50 cc are treated by Sachsse's method for the hydrolization of starch, and dextrose determined by copper reduction, according to Allihn's method. From the amount of dextrose so found, 95 per cent of the amount of maltose present in the beer is deducted and the remainder multiplied by 0.9.

200. — *Determination of glycerol.*

Proceed as directed under Wine. The milk of lime is added during evaporation, after the carbon dioxid has been expelled.

201. — *Determination of ash.*

Evaporate 25 cc to dryness, ignite as directed under Wine, and weigh.

202. — *Determination of phosphoric acid.*

Employ the gravimetric or volumetric method, using the residue obtained in the determination of ash.

203. — *Determination of protein.*

Employ the Kjeldahl or the Gunning method for the determination of nitrogen, and multiply the result by 6.25.

204. — *Determination of carbon dioxid.*

a) *Bottled goods.* — Pierce the cork with a champagne tap. Connect with a suitable absorption apparatus, placing an Erlenmeyer flask between the bottle and absorption tubes to allow the bubbles to break and prevent them from passing beyond it. Immerse the bottle in water, allow the gas to escape slowly, and when it ceases to flow spontaneously heat gradually to about 80° C. and maintain this temperature for about half an hour, shaking the bottle from time to time. Then disconnect the bottle, replace it with a soda-lime tube and draw a current of air through the apparatus. The increase in weight of the absorption tube gives the amount of carbon dioxid. The volume of beer employed is also weighed or measured.

b) *Bulk goods.* — Close a round-bottom flask of about 700-cc capacity with a two-hole rubber stopper fitted with two stopcock tubes bent at right angles—one passing to the bottom of the flask and the other ending just below the stopper. Produce a partial vacuum in the flask by means of an aspirator, and weigh the flask. Attach the end of one of the stopcock tubes, by means of a rubber tube, to a champagne tap screwed into the cask, and allow about 300 cc of the sample to enter the flask. Weigh the flask and contents, and proceed as directed under « Bottled goods ».

Somewhat better results may be obtained by placing a reflux condenser between the flask and absorption apparatus, and heating the flask over a burner to the boiling point.

205. — *Detection of preservatives.*

Proceed as directed under Wine and under Food preservatives.

DISTILLED LIQUORS.

206. — *Determination of specific gravity.*

Proceed as directed under Wine.

207. — *Determination of alcohol.*

Measure 50 cc of the sample (at 15.6° C.) into a distilling flask, dilute with 100 cc of water, and proceed as directed under Wine.

208. — *Determination of extract.*

Evaporate 100 cc to sirupy consistency and proceed as directed under Wine.

209. — *Determination of ash.*

Proceed as directed under Wine.

210. — *Determination of acidity.*

Titrate 100 cc with decinormal sodium hydroxid. The acidity is expressed in grams of acetic acid per 100 cc.

211. — *Determination of sugar.*

Proceed as directed under Wine.

212. — *Determination of fusel oil.*

Distill slowly 200 cc till about 175 cc have passed over, allow the distilling flask to cool, add 25 cc of water, and distill again till the total distillate measures 200 cc. Dilute the distillate to exactly 30 per cent by volume.

Prepare a water bath, the contents of which are kept at exactly 15° C., and place in it the Roese-Bromwell's apparatus (covering the end of the tube with a rubber cap to prevent wetting the inside of the tube) and flasks containing 30 per cent fusel-free alcohol, chloroform, sulphuric acid (sp. gr. 1.2857 at 15° C), and the distillate diluted to 30 per cent by volume.

When the solutions have all attained the temperature of 15 C., fill the apparatus to the 20-cc mark with the chloroform, drawing it through the lower tube by means of suction, add 100 cc of the 30 per cent fusel-free alcohol and 1 cc of the sulphuric acid, invert the apparatus and shake vigorously for two or three minutes, interrupting once or twice to open the stopcock for the purpose of equalizing pressure. Allow the apparatus to stand for one hour in water that is kept at the temperature of 15° C., turning occasionally to hasten the settling of the chloroform and note the volume of the chloroform.

After thoroughly cleansing and drying the apparatus, repeat this operation, using the diluted distillate from the sample under examination in place of the fusel-free alcohol. The increase in the chloroform volume with the sample under examination over that with the fusel-free alcohol is due to fusel oil, and this difference (expressed in cubic centimeters) multiplied by the factor 0.663 gives the volume of fusel oil in 100 cc.

213. — *Determination of aldehydes.*

Dissolve 0.5 gram of fuchsin in about 100 cc of water; add a solution containing the same weight of sulphurous acid; dilute to a liter and filter. With 1 volume of this reagent mix 2 volumes of the 30 per cent distillate obtained in the determination of fusel oil. Treat in the same manner and at the same time a solution of 30 per cent aldehyde-free alcohol containing 0.05 gram of acetic aldehyde per liter. After two minutes, match the colors of the two mixtures by dilution of

the stronger with 30 per cent aldehyde-free alcohol, or by means of a colorimeter, and express the result as acetic aldehyde.

214. — *Determination of ethereal salts.*

After the determination of the volatile acids, the neutralized distillate is transferred to a flask connected with a reflux condenser, treated with 25 cc of tenth normal sodium hydroxid, and boiled one-half hour. The flask and contents are then cooled, 25 cc of decinormal hydrochloric acid added, and the excess of acid titrated with sodium hydroxid. The number of cubic centimeters of decinormal alkali used, multiplied by 0.0088, is equal to the weight in grams of ethereal salts (calculated as ethyl acetate) in the volume of liquor taken for the determination.

215. — *Determination of furfurol.*

Treat 5 cc with 5 drops of colorless anilin and 8 drops of acetic acid. After fifteen minutes, compare colorimetrically with 5 cc of a solution containing 0.05 gram of furfurol per liter which has been subjected to the same treatment.

216. — *Determination of coloring matter.*

Proceed as directed under Coloring matter.

For the detection of caramel use the method of Crampton and Simons, which depends on the insolubility of caramel in ether. Evaporate 50 cc of the sample nearly to dryness, wash into a 50-cc flask, add 25 cc of absolute alcohol, cool and dilute to mark with water. Transfer 25 cc to an apparatus of the general description of Bromwell's fusel-oil apparatus, but graduated so that the lower bulb holds 25 cc to a definite mark on the stem, which may be of larger tare than in Bromwell's apparatus. Add 50 cc of ether and shake at intervals for half an hour, let settle, and siphon water through the

lower tube until the aqueous layer reaches the 25-cc mark. Mix the whole, remove the aqueous layer, and compare by means of a tintometer with the 25 cc of the solution which were not treated with ether.

BAKING POWDERS AND BAKING-POWDER CHEMICALS.

217. — *Determination of total carbon dioxid.*

This determination is made by the absorption method, and any apparatus may be employed which gives accurate results when checked with pure calcite. Whatever apparatus is chosen (Knorr's, Heidenhain's, etc.), the tubes and materials used for absorbing and drying the carbon dioxid may be varied according to the preference of the analyst.

According to the amount of absorbent employed, the weight of sodium carbonate or calcium carbonate may vary from 0.25 to 1.00 gram, and about twice as much baking powder may be used.

218. — *Determination of residual carbon dioxid.*

Weigh 2 grams into a flask suitable for the subsequent determination of carbonic acid, add 20 cc of cold water, and allow to stand 20 minutes. Place the flask in a metal drying cell surrounded by boiling water, and heat with occasional shaking for 20 minutes.

To complete the reaction and drive off the last traces of gas from the semisolid mass, heat quickly to boiling over a lamp, and boil for one minute. Aspirate until the air in the flask is thoroughly changed, and determine the residual carbon dioxid by absorption, as described under *total* carbonic acid.

219. — *Determination of acidity (for cream of tartar and its substitutes.)*

Dissolve one gram in hot water and titrate with fifthnormal potassium hydroxid solution.

220. — *Detection of tartaric acid, free or combined.*

a) *In presence of phosphates.* — Shake repeatedly about 5 grams with about 250 cc of cold water in a flask and allow the insoluble portion to subside. Decant the solution through a filter and evaporate the filtrate to dryness. To the dry powdered residue add a few drops of a 1 per cent solution of resorcin and about 3 cc of strong sulphuric acid. Heat slowly. A rose-red color indicates tartaric acid, the color being discharged on dilution with water.

b) *In the absence of aluminum salts, calcium salts, and phosphates.* — Weigh 2 grams of the material and sufficient potassium carbonate to combine with all tartaric acid not in the form of potassium bitartrate. Mix thoroughly with 15 cc of cold water and add 5 cc of 99 per cent acetic acid. Stir for half a minute with a glass rod bent near the end. Add 100 cc of 95 per cent alcohol, stir violently for 5 minutes and allow to settle at least 30 minutes. Filter on a Gooch crucible with a thin layer of paper pulp, and wash with 95 per cent alcohol until 2 cc of the filtrate do not change the color of litmus tincture diluted with water. Dissolve the precipitate in 50 cc of hot water and add standard fifth-normal potassium hydroxid solution, leaving it still strongly acid. Boil for one minute. Finish the titration, and correct the reading by adding 0.2 cc.

221. — *Detection of free tartaric acid.*

Extract 5 grams with absolute alcohol and evaporate the alcohol from the extract. Dissolve the residue in dilute ammo-

nia, add a good-sized crystal of silver nitrate, and heat gently. Tartaric acid is indicated by the formation of a silver mirror.

If desired, the absolute alcohol extract may be tested by the method described under 220 (a).

222. — *Determination of starch.*

a) *Direct inversion method (for all baking powders and chemicals free from lime).* — Weigh 5 grams. Convert into dextrose by the Sachsse's method and determine the reducing power of the solution by the Allihn method, as described under Spices.

b) *Indirect method (for phosphate, alum phosphate, and all other baking powders containing lime).* — Mix 5 grams, with 200 cc of 3 per cent hydrochloric acid, and allow the mixture to stand for one hour, with frequent shaking. Filter, rinse the flask once, without attempting to remove all the starch, and wash the paper twice with cold water. Carefully wash the starch from the paper back into the flask, with 200 cc of water, using a small wash bottle. Add 20 cc of 25 per cent hydrochloric acid and proceed according to Sachsse's method. Determine reducing power by Allihn's method.

c) *M'Gill method.* — Digest one gram with 150 cc of 3 per cent hydrochloric acid for 24 hours at the room temperature, with occasional shaking. Filter, wash thoroughly with cold water and finally once with alcohol and once with ether. Dry at 110° C., cool and weigh. Burn off the starch and weigh again. To obtain the weight of starch, subtract te weight after burning from the weight after drying at 110° C.

On phosphate, alum, and alum-phosphate powders the results are usually satisfactory, but in some instances they may be over 2 per cent too high.

223. — *Determination of potassium bitartrate.*

If, as is usually the case, no other potassium salt but the bitartrate is present, multiply the percentage of total potash determined as directed under 226, d), by 3.9936.

224. — *Determination of free tartaric acid.*

Calculate the percentage of tartaric anhydrid combined with the potash as bitartrate (if any) and subtract this from the percentage of total tartaric anhydrid.

225. — *Detection of alum in presence of phosphates.*

a) *In baking powder.* — Ash about 2 grams. Extract with boiling water and filter. Add to the filtrate a few drops of ammonium chloride solution. A flocculent precipitate indicates alum.

b) *In cream of tartar.* — Mix about 1 gram with an equal quantity of sodium carbonate, ash, and proceed as in. (a).

226. — *Examination of ash.*

a) *Determination of insoluble ash and preparation of solutions.* — Heat 5 grams below redness. Boil the carbonaceous mass with dilute hydrochloric acid, filter into a graduated 500-cc flask, and wash with hot water. Return the residue, together with the paper, to the dish and burn to a white ash. Boil again with hydrochloric acid, filter, wash, unite the two filtrates, and dilute to 500 cc.

Incinerate the residue after the last filtration for the determination of ash insoluble in acid.

b) *Iron and alumina.* — Drawn an aliquot portion of 100 cc and separate silica, if necessary. Mix the solution with sodium-phosphate solution in excess of what is required

to form normal aluminum phosphate. Add ammonia until a precipitate remains on stirring, then hydrochloric acid drop by drop until the precipitate dissolves. Heat the solution to about 50° C., mix with a considerable excess of 50 per cent ammonium-acetate solution and 4 cc of 80 per cent acetic acid.

As soon as the precipitate of aluminum phosphate, mixed with a little iron phosphate, has settled, collect on a filter, wash with hot water, ignite, and weigh.

Fuse the mixed phosphates with ten parts of sodium carbonate, dissolve in dilute sulphuric acid, reduce with hydrogen sulphid and determine the iron by the volumetric permanganate method.

In the same solution determine the phosphoric acid.

c) *Lime.* — Heat the filtrate from the mixed phosphates to 50° C. and precipitate with ammonium oxalate. Filter, wash, ignite and finally convert into oxid.

d) *Potash and soda.* — Evaporate an aliquot portion of the solution nearly to dryness, dilute, and heat to boiling. While still boiling, add barium chloride solution as long as a precipitate forms and enough barium hydrate to make the liquid strongly alkaline. As soon as the precipitate has settled, filter and wash with hot water, heat the filtrate to boiling, add sufficient ammonium carbonate solution to precipitate all the barium, filter, and wash with hot water. Evaporate the filtrate to dryness, ignite below redness to remove ammonia salts. Add to the residue a little water and a few drops of ammonium carbonate solution. Filter, evaporate, ignite below redness, and weigh the mixed potassium and sodium chlorids.

Determine the potash as potassium platinichlorid.

227. — *Determination of phosphoric acid.*

Mix 5 grams with a little magnesium-nitrate solution, dry, ignite, and dissolve in hydrochloric acid. In an aliquot of the solution determine phosphoric acid as magnesium pyrophosphate by the molybdic method.

228. — *Determination of sulphuric acid.*

Boil 5 grams gently for one and one-half hours with a mixture of 300 cc of water and 15 cc of concentrated hydrochloric acid. Dilute to 500 cc, draw off an aliquot portion of 100 cc., dilute considerably, precipitate with barium chlorid, filter, ignite, and weigh.

229. — *Determination of ammonia.*

Ammonia alum is often an ingredient of cream-of-tartar substitutes and baking powders. and ammonium carbonate is occasionally present in baking powders. Determine ammonia by distillation with caustic soda into standard acid and titration.

FOOD PRESERVATIVES

230. — *Detection of formaldehyde.*

If the material be solid or semisolid, macerate from 200 to 300 grams with water until a sufficient degree of fluidity is obtained. Make distinctly acid with phosphoric acid. Distill off from 40 to 50 cc in a linseed-oil bath.

In the case of liquids, acidify with a strong excess of phosphoric acid, and distill as directed under 232.

First method. — To about 5 cc of the distillate add 2 or 3 drops of a 1 per cent aqueous solution of phenol; mix and carefully pour it on about the same amount of concentrated sulphuric acid in a test tube, holding the tube so that the solutions will not mix. The presence of one part of formaldehyde in 100,000 parts is indicated by the formation of a crimson color at the plane of union of the solutions. If the formaldehyde be present in greater quantity, a white turbidity or a light-colored precipitation will be formed above the coloring.

If organic matter is distilled over, the charring of it by the sulphuric acid may be mistaken for a trace of formaldehyde; but, on allowing the test to stand for twelve hours, the coloration, if due to formaldehyde, will become a whitish turbidity instead of the dark color which appears if due to the charring of organic matter.

Some other aldehydes will give the same result.

Second method. — Add about 5 cc of the distillate to an equal volume of pure milk, and about 10 cc of concentrated hydrochloric acid containing 1 cc of 10 per cent ferric chlorid solution to each 500 cc of acid. Heat to 80° or 90°. A violet coloration indicates formaldehyde.

Third method. — To 1 cc of distillate add 2 drops of a solution of 1 gram of phenylhydrazin hydrochlorid and 1.5 grams of sodium acetate in 10 cc of water, and 2 drops of sulphuric acid. If formaldehyde is present, a green color will be produced.

231. — *Detection of sulphurous acid.*

Prepare samples as directed under 230, and boil 20 cc of the distillate after the addition of a few drops of bromin or iodin solution. If it is decolorized quickly, test for sulphuric acid with barium chlorid solution.

If sulphurous acid or sulphite is present, determine it quantitatively as directed under Wine.

232. — *Dectection of salicylic acid.*

If the material be a solid or semisolid, macerate 200 to 300 grams with about 400 cc of water made slightly alkaline with sodium or potassium hydroxid, and strain through a cotton bag.

In the case of materials containing large amounts of extractive matter, and those from which the water solution

can not be separated from the solid matter by straining, it may be found necessary to separate them by distillation. In such cases acidify with phosphoric acid and distill with temperature of the oil at from 120° to 130° C., conducting steam through te material.

Acidify with dilute (1 : 3) sulphuric acid, and extract by shaking with about 30 cc of chloroform or ether. Separate from the water. If a clear solution is obtained, place the chloroform or ether in a small porcelain dish and evaporate at a low temperature.

If an emulsion is formed and a clear solution will not separate out on standing, whirling in centrifugal machine will usually give the desired clear solution.

Take up the residue with 3 or 4 cc of hot water.

a) *Saccharin.* — If the solution has an intensely sweet taste, it is an indication of saccharin. If it is sweet, dilute a portion of it about ten times, and taste again.

b) *Salicylic acid.* — *First method.* — Place a few drops of solution in a porcelain dish, add 2 or 3 drops of ferric chlorid solution in such a way that the solutions will come together slowly, which will give a purple or violet color if salicylic acid is present.

Second method. — Evaporate about 0.5 cc of the solution to dryness at a low temperature. Warm the residue with one drop of concentrated nitric acid, and add 2 or 3 drops of ammonia until alkaline. The presence of salicylic acid is indicated by the formation of a yellow color of ammonium picrate.

233. — *Detection of benzoic acid.*

Separate benzoic acid by extraction or distillation as directed under Salicylic acid, and test by one of the following methods :

First method. — Make alkaline with ammonium hydroxid, expel the excess of ammonia by evaporation, take up the

residue with water, and add a few drops of a neutral 0.5 per cent solution of ferric chlorid. The presence of benzoic acid will be indicated by the formation of a brownish-colored precipitate of ferric benzoate.

Second method. — Evaporate to dryness and treat the residue with 2 or 3 cc of strong sulphuric acid. Heat till white fumes appear. A few crystals of potassium nitrate are then added. When cool, the acid is diluted with water and ammonia added in excess, followed by a drop or two of ammonium sulphid. The benzoic acid becomes converted into ammonium metadiamidobenzoic acid, which possesses a red color.

Third method. — Evaporate to dryness at low temperature. If benzoic acid is present in great quantity it will crystallize out in shining leaflets, with characteristic odor. These will melt at 120° C.

234. — *Detection and determination of boric acid and borates.*

a) *First qualitative method.* — Render about 25 grams alkaline with lime water and evaporate to dryness. Ignite; add about 15 cc of water and hydrochloric acid, to acid reaction ; then about 1 cc of concentrated hydrochloric acid. Moisten a piece of turmeric paper with the solution : if borax or boric acid is present, the paper on drying will acquire a peculiar red color, which is changed by ammonia to a dark blue-green.

Second qualitative method. — Add an equal volume of turmeric tincture (if the sample is a liquid, evaporate with the turmeric); heat with a drop of dilute hydrochloric acid for a few seconds : if borax or boric acid is present a pink or dark red color will appear. Cool and add a drop of ammonium hydroxid : a dark blue-green will appear.

Quantitative method. — Render 100 grams alkaline with sodium hydroxid, and evaporate to dryness. Ignite, heat with about 20 cc of water, and add hydrochloric acid until all is dissolved. Add 0.5 gram of calcium chlorid and a few drops of phenolphthalein, then a 10 per cent solution of caustic soda until a permanent slight pink color is produced, and finally 25 cc of lime water. Make the volume up to 100 cc. Mix and filter. To 50 cc of the filtrate add normal sulphuric acid till the pink color disappears, then methyl orange, and continue the addition of the acid until the yellow is just changed to pink. Then add fifth-normal caustic soda till the liquid assumes the yellow tinge, excess of soda being avoided. Boil to expel carbon dioxid. Cool the solution, add a little phenolphthalein, and an equal volume of glycerine. Titrate with standardized sodium hydroxid until a permanent pink color is produced.

COLORING MATTER.

235. — In the methods of manufacture of coal-tar dyes many become contaminated with poisonous metals, such as arsenic, copper, zinc, tin, and lead. There is always the possibility of the presence of arsenic, as sulphuric acid is used in the preparation of nearly every dye.

Some colors have metallic atoms in their molecule, such as malachite green, which is a double chlorid of zinc in combination with the organic group.

Many vegetable colors are sold as lakes of tin or alum.

Other colors are known to have a toxic action, such as picric acid and naphthol yellow.

236. — *Determination of heavy metals.*

Directions are given under Vegetables.

237. — *Determination of coal-tar coloring matters by dyeing wool.*

a) *Method of Sostegni and Carpentieri.* — From 10 to 20 grams are dissolved in 100 cc of water, filtered, acidified with from 2 to 4 cc of 10 per cent solution of hydrochloric acid, and a piece of woolen cloth, which has been washed in a very dilute solution of boiling potassium hydroxid and then washed in water, is immersed in it and boiled for five to ten minutes. The cloth is removed, thoroughly washed in water, and boiled with very dilute hydrochloric acid solution.

Then after washing out the acid the color is dissolved in a solution of ammonium hydroxid (1 to 50). With some of the dyes solution takes place quite readily, while with others it is necessary to boil some time.

The wool is taken out, a slight excess of hydrochloric acid is added to the solution, another piece of wool is immersed and again boiled.

With vegetable coloring matter this second dyeing gives practically no color.

b) *Arata's method.* — This method gives results comparable with those of the first dyeing of the preceding method.

From 20 to 30 grams dissolved in 100 cc of water are boiled for ten minutes with 10 cc of a 10 per cent solution of potassium bisulphate and a piece of white wool or woolen cloth which has been previously heated to boiling in a very dilute solution of sodium hydroxid and thoroughly washed in water. After removal from the solution the wool is washed in boiling water, and dried between filter papers. If the coloring matters are entirely from the fruit the wool will be either uncolored or will take on a faint pink or brown, which is changed to green or yellow by ammonia and not restored by washing.

(A suivre.)

COLORING MATTER.

237 bis. — *Determination of coal-tar coloring matters by dyeing wool* (suite).

The coloring matter can be identified to a certain extent. The tests can be made directly on the dyed fabric or the dye can be dissolved out.

To remove the color, wash the wool with dilute tartaric acid and then with water and dry between filter paper. Saturate the wool with strong sulphuric acid and press out the color with a glass rod after from five to ten minutes, and dilute to 10 cc. with water.

Remove the wool, make solution alkaline with ammonia, and when cold extract with from 5 to 10 cc. of amyl alcohol. Separate the amyl alcohol, evaporate it to dryness, and test the residue with strong sulphuric acid :

Ponceau, R, 2R, 3R, S and 3S gives yellow red to carmine red ;

Ponceau S and tropaeolin O give yellow to orange yellow;

Biebrich scarlet gives a green; Bordeaux red and crocein scarlet give blue; tropaeolin OOO and solid red give violet.

238. — *Detection of coal-tar colors by extraction with solvents.*

I. — To 50 cc. of wine add ammonium hydroxid in slight excess; then add 15 cc. of amyl alcohol, shake, and allow to stand.

If the alcohol be colored red or violet, decant, wash, filter, evaporate to dryness in presence of a piece of wool, and test the dyed wool with sulphuric acid.

If the alcohol be not colored, separate and add acetic acid. If the alcohol becomes colored, the presence of basic aniline color (fuchsin, safranin, etc) is indicated.

If the amyl alcohol is uncolored, both before and after the addition of acetic acid, no basic coal-tar color is present.

II. — Add an excess of calcined magnesia and then a 20 per cent solution of mercuric acetate and bring to a boil. A coloration before or after addition of acetic acid indicates the presence of coal-tar dyes, particularly acid dyes, sulphu-fuchsin, azo derivatives, and phthaleins.

III. — Extract the solution with acetic ether made alkaline by barium hydroxid. This dissolves basic colors.

In any case the colors must be fixed on wool, as many of the fruit colors are extracted and will give reactions with sulphuric acid, which may be mistaken for coal-tars colors.

The extraction of fruit colors is shown in the following tables.

Extraction of fruit colors with amyl alcohol.

Fruit.	Coloration of acid solution.		Coloration of ammoniacal solution.		Addition of a drop of H_2SO_4 to dyed fabric.
	Juice.	Amyl alcohol extract.	Juice	Amyl alcohol extract.	
Early cherries . .	Red. . .	Yellow . .	Green. . .	Uncolored .	Yellow.
Ripe cherries. . .	Red. . .	Uncolored.	Green. . .	Uncolored .	Yellow.
Early strawberries.	Red. . .	Rose. . .	Green. . .	Uncolored	Rose.
Ripe strawberries.	Red. . .	Red . . .	Green. . .	Uncolored .	Rose (dyes silk a rose red).
Raspberries . . .	Red. . .	Red . . .	Green. . .	Uncolored .	
Red currants. . .	Red. . .	Uncolored.	Green. . .	Uncolored	
White currants . .	White. .	Uncolored.	Brown. . .	Uncolored	
Black currants . .	Dark red.	Red . . .	Deep green.	Uncolored	Dyes silk rose.
Peaches	Yellow .	Uncolored.	Brown. . .	Yellowred .	Uncolored.
Pears	Yellow .	Uncolored.	Brown. . .	Yellowred .	
Quinces	Yellow .	Uncolored.	Brown. . .	Yellowred .	
Apples	Yellow .	Uncolored.	Brown. . .	Yellowred .	
Apricots.	Yellow .	Uncolored.	Brown. . .	Yellowred .	
Green gage plums.	Yellow .	Uncolored.	Brown. . .	Yellowred	

Extraction of fruit colors with amyl alcohol and with ether.

Fruit.	Color with NH_4OH.	Ether extract form acid solution.	Amyl alcohol extract from acid solution.	Dyeing tests on the juice.
Strawberry. . .	Purple . . .	None . . .	Deep red. . . .	Color washed out.
Red raspberry .	Purple . . .	None . . .	Deep red. . . .	All color does not wash out, but does not dye in the second acid bath.
Blackberry. . .	Bluepurple. .	None . .	Very deep red .	Dyes purplish red in acid solution, but does not dye in the second acid bath.
Cherry	Purple . .	None . . .	Red.	Do.
Blackberry. . .	Bluepurple. .	None . .	Red.	Do.
Wild dewberry .	Bluepurple. .	None . . .	Red.	Do.
Currant	Bluepurple. .	None . . .	Red.	Do.

Neither amyl-alcohol nor ether extracted any color from alkaline solution of the fruit juices.

239.— *Determination of acid Magenta — Girard's method.*

Neutralize 100 cc. with potassium hydroxid (5 to 100). Add 4 cc. of mercuric acetate (10 to 100), agitate and filter. Acidify with a slight excess of dilute sulphuric acid, and if the solution becomes a light violet-red and there has been no other dye shown by the amyl alcohol extracts, the presence of acid Magenta is shown.

Acid Magenta in acid solution dyes wool a Magenta red. Wool dyed with it is turned yellow by strong hydrochloric acid, decolorized by ammonium hydroxid, and regains its color when washed with water.

240. — *Test for Martius yellow or naphtalene yellow.*

Extract with 95 per cent alcohol from an acidulated sample. Evaporate the alcoholic solution to dryness with a piece of wool, which will be dyed a bright yellow, and test the dyed

wool. Both sulphuric and hydrochloric acids completely decolorize it.

241. — *Rota's method of identification of coloring matter.*

The coloring matters are divided into four groups by the use of 10 per cent stannous chlorid and hydrochloric acid and of 20 per cent caustic potash.

Dilute the aqueous or alcoholic solution of coloring matter to about 1 to 10,000. Add to the solution a few drops of stannous chlorid and a few drops of hydrochloric acid; shake, and heat to boiling. Some of the colors — for instance, safranins and indulins — are slow to be reduced and must be allowed to stand for some time.

Complete decolorization : reducible coloring matters. Colorless solution is treated with Fe_2Cl_6 or shaken, with exposure to air.		The color changed no further than with HCl alone : nonreducible colors. A part of original solution is mixed with 20 per cent KOH and warmed.	
Te liquid remains unchanged : not reoxidizable coloring matters.	The original color restored : reoxidizable coloring matters.	Decolorization or a precipitate : imidocarboquinone coloring matters.	No precipitation; liquid becomes more colored : oxy-carbo-quinone coloring matters.
CLASS I.	CLASS II.	CLASS III.	CLASS IV.
Nitro, nitroso, and azo colors, including azoxy and hydrazo colors.	Indogenide and imidoquinone coloring matters, methylene blue, safranin, indigo-carmine.	Amido-derivatives of di and triphenylmethane, auramines, acridines, quinolines, and color derivatives of thio benzenil.	Nonamide diphenylmethane, oxy-ketone, and most of natural organic coloring matters.
Picric acid, naphthol yellow, Ponceau, Bordeaux, and Congo red.		Fuchsin, rosaniline, auramine.	Eosines, aurin, alizarin.

As soon as the group is determined it is possible to carry the work further by reference to tables of coloring matter in which the physical, chemical, and tinctorial properties are given.

242. — *Detection of turmeric.*

Extract the color with alcohol. Dip a piece of filter paper into this tincture and dry at 100° C. Then moisten in a weak solution of boric acid to which a few drops of hydrochloric acid have been added. On drying this, a cherry red color will be developed in the presence of turmeric.

243. — *Detection of caramel.*

Amthor test. — To 10 cc. add from 30 to 50 cc. of paraldehyde, depending on the intensity of the coloring, and enough absolute alcohol to make the solutions mix. In the presence of caramel a brownish yellow to dark brown precipitate will collect. Decant the liquor, wash once with absolute alcohol, dissolve in small amount of hot water, and filter. The color of this will give some idea as to the amount of caramel present.

If it is necessary to concentrate, it must be done over sulphuric acid or at diminished pressure.

In order to identify the color, it is poured into a solution of phenylhydrazin (2 parts phenylhydrazin-hydrochlorid, 3 parts sodium acetate, and 20 parts of water). The presence of caramel gives a dark brown precipitate.

244. — *Detection of cochineal.*

Dissolve in water, filtering if necessary. Acidulate with hydrochloric acid and extract with amyl alcohol, which becomes colored more or less yellow or orange, depending on the quantity of cochineal present. Separate the amyl alcohol and wash until neutral. Then separate into two portions.

To the first add a very dilute solution of uranium acetate. In the presence of cochineal a characteristic emerald green color is produced.

To the second portion add a drop or so of ammonia, and in presence of cochineal a violet coloration results. This, however, is not so sensitive to very small amounts as the first tests, and many fruit colors give tests hardly to be distinguished.

Documents en préparation. — Liste des auteurs.

Le département de l'Agriculture des Etats-Unis (James Wilson, secrétaire) prépare des publications complémentaires, relatives aux « Standards of purity for food products » et aux « Methods for the analysis of foods ».

Les principaux collaborateurs de M. Wiley sont :

Pour les « Standards of purity » :

MM. W. Frear (Washington, Pa.);
E.-H. Jenkins (Middletown, Conn.);
M.-A. Scovell (Lexington, Kentucky);
H.-A. Weber (Columbus, Ohio);
Ch.-D. Woods (Orono, Me.) : viandes et dérivés;
L.-L. Van Slyke (Geneva, N.-Y.) : produits de la laiterie;
Ch.-A. Crampton (Washington, Pa.) : boissons;
A.-L. Winton (New-Haven, Conn.) : condiments;

Pour les « Methods for the analysis » :

MM. W.-D. Bigelow (Washington, Pa.) : viandes, boissons fermentées et distillées;
L.-M. Tolman (Washington, Pa.) : graisses et huiles, fruits et dérivés, matières colorantes;
J.-A. Le Clerc (Geneva, N.-Y.) : produits de la laiterie;
A. Mc Gill (Ottawa, Canada) : farines et dérivés;
A.-E. Leach (Boston, Mass.) : sucres;
L.-S. Munson (Washington, Pa.) : conserves de végétaux, fruits et dérivés;
F.-T. Harrison (London, Ontario) : cacao et dérivés;
W.-H. Ellis (Toronto, Canada) : thé, café;
A.-L. Winton (New-Haven, Conn.) : épices, poudres panifiantes;
W. Frear (Washington, Pa.) : vinaigre;
A.-S. Mitchell (Milwaukee, Wisc.) : extraits aromatiques;
W.-M. Allen (Washington, Pa.) : agents de conservation.

J.-B. A.

MÉTHODES ADOPTÉES EN SUISSE.

Extraits du

Manuel suisse des denrées alimentaires,

Publié en 1899, au nom de la Société des chimistes analystes suisses, par une Commission composée de : MM. Edw. Ackermann (Genève), G. Ambühl (Saint-Gall), A. Bertschinger (Zurich), A. Bieler (Zug), Billeter (Neuchâtel), P. Brandt (Genève), L. Friess (Zurich), H. Häfelin (Bâle), A. Kleiber (Zurich), H. Kreis (Bâle), E. Lang (Berne), A. Laubi (Zurich), P. Liechti (Aarau), J. Meister (Schaffhouse), Nussberger (Coire), H. Rufi (Berne), F. Schaffer (Berne), A. Schmid (Frauenfeld), E. Schumacher-Kopp (Lucerne), F. Seiler (Lausanne), E. Vinassa (Lugano), J. Walter (Soleure);

Traduit de l'allemand par A. Steinmann (Genève) avec la collaboration de E. Ackermann (Genève) (1).

N. B. — 1. Toutes les températures sont exprimées en degrés centigrades.

2. Sauf indication spéciale, les densités sont rapportées à celle de l'eau à 15°, prise comme unité.

3. Toutes les teneurs sont rapportées, s'il n'y a pas d'autres indications, à la substance desséchée à l'air.

LAIT.

245. — *Définition.*

Lait de vache tel qu'il est obtenu par la traite régulière, ininterrompue et complète, de vaches saines et bien nourries.

246. — *Appréciation.*

Un lait rougeâtre, bleu, présentant une odeur désagréable, un goût amer ou salin, une consistance granuleuse, savonneuse ou filante, doit être considéré comme un produit anormal.

(1) Berne, Neukomm et Zimmermnan, 1900.

On doit exiger qu'un lait frais, provenant de plusieurs vaches, ait une composition qui se maintienne dans les limites suivantes :

Poids spécifique à 15° du lait entier = 1,029—1,034.
» » à 15° du sérum = 1,027—1,030.
Matière grasse : minimum 3 p. c.
Résidu sec : minimum 12 p. c.
Acidité : maximum 4,5 degrés.

Cependant, un lait peut être falsifié lors même que toutes les données analytiques se trouvent dans les limites fixées ci-dessus.

On se sert, pour calculer la quantité d'eau surajoutée et l'écrémage, des formules établies par Herz.

On ne doit considérer un lait comme mouillé ou écrémé que lorsqu'on peut établir avec sûreté l'existence d'une falsification par les différences trouvées entre le lait suspect et un échantillon du même lait prélevé à l'étable avec toutes les précautions voulues.

A l'essai de fermentation, un lait pur ne doit pas se coaguler dans un délai de 12 heures, s'il était frais au moment où il a été soumis à l'essai. Un fort dégagement de gaz dans l'appareil de Schaffer (essai du volume du gaz de fermentation) est un caractère particulièrement anormal.

L'essai de la caséine avec la présure doit provoquer la coagulation normale du lait en moins de 20 minutes.

N. B. — Lorsqu'il s'agit d'analyser du *lait caillé*, il faut d'abord le liquéfier complètement par l'addition, jusqu'à réaction alcaline nette, d'un mélange composé d'ammoniaque et de lessive de soude, d'une densité de 1,030, en ayant soin d'agiter fortement.

Pour conserver les échantillons de lait qui doivent être gardés dans les laboratoires, il est recommandé de les additionner de 1 p. m. de bichromate de potasse.

247. — *Détermination du poids spécifique.*

Au moyen d'aréomètres, de picnomètres ou de la balance de Westphal.

Dans cette détermination, la température du lait bien mélangé doit se rapprocher de 15°; elle ne peut, en tous cas, ni dépasser 20°, ni être inférieure à 10° (voir les tables de réduction).

Les échantillons dont la crème s'est épaissie par un repos trop prolongé seront chauffés à 40°, agités convenablement, puis refroidis.

On n'effectuera la détermination du poids spécifique qu'après avoir laissé reposer le lait pendant plusieurs heures après la traite.

248. — *Dosage de la matière grasse.*

a) *Par extraction.* — On pèse environ 10 grammes de lait que l'on mélange avec une substance absorbante appropriée, et l'on dessèche le tout. Le résidu sec est soumis à l'extraction, au moyen d'éther absolu, dans un appareil à extraction de Soxhlet.

b) *Méthode aréométrique de Soxhlet.* — On mesure à l'aide d'une pipette 200 cc. de lait porté à 17—18°, que l'on introduit dans la bouteille à agiter avec 10 cc. de lessive de potasse (densité 1,26 à 1,27) et 60 cc. d'éther saturé d'eau; on secoue fortement pendant une à deux minutes, et l'on ramène à la température initiale susindiquée. Pour séparer la solution éthérée de matière grasse du restant du liquide, on se sert d'un appareil à centrifuger. La solution éthérée est ensuite transvasée, au moyen du dispositif accompagnant l'appareil (poire de caoutchouc et tubes de jonction), dans le tube du réfrigérant et portée si possible à 17 1/2°. Du poids spécifique de la solution déterminé à l'aide de l'aréomètre de Soxhlet, on déduit, en faisant usage de tables, la teneur du lait en matière grasse.

c) *Méthode de Schmid et Bondzynsky.* — On traite, dans un tube à boules spécial, 10 c.c. de lait avec 10 c.c. d'acide chlorhydrique fumant, en faisant bouillir le mélange jusqu'à dissolution des matières albuminoïdes précipitées. La solution,

refroidie à 40° au moins, est agitée vivement dans le même appareil avec environ 30 à 35 cc. d'éther, et le tout est ensuite placé pendant un quart d'heure dans un bain-marie porté à 40°. Aussitôt que la couche éthérée s'est nettement séparée du liquide inférieur, ce qui peut être facilité par l'emploi de la force centrifuge, on lit exactement le volume de la solution éthérée, on en met 20 cc. dans un flacon d'Erlenmeyer taré, on évapore l'éther, on dessèche le résidu constitué par la matière grasse et l'on pèse.

d) *Méthode acido-butyrométrique de Gerber.* — On introduit dans le butyromètre 10 cc. d'acide sulfurique (poids spéc. 1,820 à 1,825), 1 cc. d'alcool amylique et 11 cc. de lait ; on bouche et on agite vivement. Le butyromètre bien fermé est placé pendant environ dix minutes dans un bain-marie à 60°-70°, puis centrifugé pendant au moins trois minutes. Après avoir laissé de nouveau le butyromètre environ cinq minutes dans le bain-marie (60—70°), on peut lire directement sur le tube gradué la richesse du lait en beurre.

249. — *Dosage du résidu sec.*

On pèse environ 10 gr. de lait dans un récipient fermé, on évapore à sec, avec ou sans addition d'une substance absorbante appropriée, et l'on dessèche à 103° jusqu'à poids constant.

250. — *Détermination du poids spécifique du sérum.*

La coagulation du lait doit se faire spontanément à une température moyenne, ou être déterminée par un séjour prolongé dans une étuve chauffée au plus à 40°.

251. — *Dosage des matières azotées.*

On peut procéder de deux façons :

1. D'après la méthode de Kjeldahl modifiée, en employant au moins 20 cc. de lait et multipliant la quantité d'azote trouvée par le facteur 6,557 ;

2. La caséine et l'albumine sont précipitées par l'acide acétique et pesées. On détermine la protéine dans le sérum en y faisant le dosage de l'azote.

252. — *Dosage du sucre de lait.*

Par la méthode de Fehling, modifiée d'après Soxhlet ou Allihn. Les albumines doivent être préalablement précipitées par l'acétate de plomb, dont l'excès est éliminé par le carbonate de soude (v. Sucre).

L'emploi des méthodes polarimétriques fournit des résultats moins exacts.

253. — *Dosage des matières minérales.*

Le lait est coagulé par l'addition d'acide acétique, puis évaporé ; le résidu est calciné au rouge sombre.

254. — *Recherche des nitrates.*

On introduit dans un large tube à réaction 10 cc. de lait et deux gouttes d'une solution de chlorure de calcium (renfermant 20 p. c. de $CaCl_2$ exempt de nitrate), on agite vigoureusement et l'on place le tube, en ayant soin de le maintenir incliné, dans un bain-marie chauffé à 50°, que l'on porte ensuite à l'ébullition. On maintient celle-ci durant dix minutes, au bout desquelles on peut décanter le sérum absolument transparent. On dissout 20 mgr. de diphénylamine dans 20 cc. d'acide sulfurique dilué (25 p. c. en volume) et l'on ajoute à cette solution 80 cc. d'acide sulfurique concentré pur.

On met 2 cc. de la solution de diphénylamine dans une petite capsule de porcelaine. Puis on laisse couler, goutte à goutte, au centre de la solution, 0,5 cc. du sérum et l'on abandonne le tout sans remuer.

Lorsqu'il y a présence de nitrates, on voit apparaître au bout de quelques minutes un anneau bleu; si l'on agite le liquide, il devient entièrement bleu. S'il n'y a pas de nitrates, on voit se former une tache brunâtre au milieu du liquide.

255. — *Recherche des substances conservatrices.*

a) *Borax et acide borique.* — On alcalinise le lait à l'aide de lait de chaux, on calcine, on humecte le résidu avec de l'acide chlorhydrique et l'on essaie avec la teinture ou le papier de curcuma (v. Substances conservatrices).

b) *Acide salicylique.* — Le résidu d'évaporation de la solution éthérée provenant du traitement par l'éther du sérum de lait, est dissous dans l'eau et essayé avec le perchlorure de fer.

c) *Cristal de soude, bicarbonate de soude.* — On fait l'essai de la réaction du lait. Si la réaction est alcaline, on procède à la détermination quantitative des cendres.

256. — *Constatation de la cuisson du lait.*

On verse une faible couche de teinture de gaïac sur le lait, sans agiter. Le lait non cuit donne une coloration bleue.

257. — *Détermination du degré d'acidité.*

Par le procédé de Soxhlet et de Henkel, en opérant sur 50 cc. de lait. 1 cc. de soude N/4 = 1 degré d'acidité.

258. — *Essai de fermentation.*

On introduit le lait dans des tubes à fermentation stérilisés, on remet les couvercles également stérilisés et on laisse les tubes séjourner 12 heures (au besoin 24 heures) dans le bain-

marie spécial, chauffé à 35°—38°. On observe, après 9, 12 ou 24 heures, les modifications subies par le lait en ce qui concerne la coagulation, le dégagement de gaz, la consistance de la crème et les autres changements survenus.

259. — *Détermination du volume du gaz de fermentation.*

Le récipient inférieur préalablement stérilisé de l'appareil de Schaffer est rempli de lait jusqu'au trait ; la partie supérieure de l'appareil est passée plusieurs fois à la flamme et ajustée à sa place. On lit, après 9, 12 ou 24 heures de repos à 35°—38°, le volume de gaz qui a pu se dégager.

260. — *Essai de la caséine.*

On chauffe 100 cc. de lait à 35° dans le bain-marie de l'appareil et on y ajoute 2 cc. d'une solution de présure contenant une tablette de Hansen (du plus petit numéro) dissoute dans 1/2 litre d'eau. On observe le temps que met le lait à se coaguler et on examine si la coagulation est suffisamment complète.

261. — *Examen microscopique.*

Surtout pour déceler la présence de colostrum, de globules de pus ou de sang, ou d'autres impuretés en suspension.

CRÈME.

262. — *Définition.*

Partie la plus grasse du lait, qui se sépare lorsqu'on laisse reposer celui-ci un certain temps ou lorsqu'on le soumet à l'action de la force centrifuge.

On peut distinguer la crème *simple*, qui renferme 10 à 20 p. c. de matière grasse, et la crème *à fouetter* ou crème *double*, qui en renferme parfois plus de 30 p. c.

263. — *Appréciation.*

L'examen organoleptique ne doit rien déceler d'anormal.

La teneur en matière grasse ne peut pas être inférieure à 10 p. c.

La crème qui doit être consommée directement ne peut pas avoir un degré d'acidité supérieur à 4,5.

LAIT ÉCRÉMÉ, PETIT-LAIT.

264. — *Définitions.*

Lait écrémé : partie du lait, pauvre en matière grasse, qui reste après l'écrémage du lait.

Petit-lait : produit accessoire de la fabrication du beurre ou de la fabrication du fromage.

265. — *Appréciation.*

Poids spécifique à 15° :

Lait écrémé	1,032—1,0365.
Petit-lait de beurre	1,032—1,035.
» » de fromage	1,027—1,030.

Résidu sec du lait écrémé : pas inférieur à 8,5 p. c.

CONSERVES DE LAIT.

266. — *Définitions.*

Lait condensé, avec ou sans addition de sucre : il est en général obtenu par évaporation dans le vide jusqu'à réduction au tiers de son volume primitif; le plus souvent, il est stérilisé.

Lait stérilisé ou *pasteurisé :* lait dont la conservation est rendue possible par l'emploi de la chaleur.

Poudres et *tablettes de lait :* lait évaporé et desséché, qui se dissout dans l'eau chaude en formant un liquide semblable au lait.

267. — *Appréciation.*

Les conserves de lait ne peuvent contenir, à l'exception du sucre de canne, aucune matière étrangère au lait et, par conséquent, aucune substance conservatrice.

Elles ne peuvent présenter ni une coloration brune, ni un goût ou une odeur de rance.

On ne peut pas non plus y trouver de petits grumeaux de graisse séparés.

BEURRE.

268. — *Définition.*

Sous la dénomination de beurre, on comprend exclusivement la graisse alimentaire retirée du lait de vache par des opérations mécaniques.

269. — *Appréciation.*

Des essais faits de novembre 1896 à juin 1897, dans cinq laboratoires suisses, ont fourni les données suivantes :

1. Densité apparente à 100° : 0,8660 — 0,8695.
2. Indice de Reichert-Meissl :
   a) Avec la potasse alcoolique : 26,64 — 33,68 ;
   b) Avec glycérine sodée : 26,18 — 34,21.
3. Réfraction à 40° : 41,0 — 44,0.
4. Indice de saponification : 224,0 — 235,8.

Il est établi que ces données varient dans des limites beaucoup plus étendues. Toutefois, on considérera de prime abord comme suspect tout beurre dont l'indice de Reichert-Meissl est inférieur à 26 et on le soumettra à un examen plus approfondi. Il serait désirable de rechercher, chaque fois que cela est possible, la provenance du beurre (épreuve de contrôle à à l'étable.)

La teneur en matière grasse d'un beurre frais doit s'élever au minimum à 82 p. c.

Les matières colorantes inoffensives peuvent être ajoutées au beurre.

L'addition de sel de cuisine, comme substance conservatrice, doit seule être tolérée.

Le beurre de table ne peut pas avoir plus de 8 degrés d'acidité; le beurre de cuisine, après la fonte, plus de 20 degrés.

270. — *Dosage de l'eau.*

On pèse environ 5 gr. de beurre frais dans une capsule plate, à moitié remplie de sable calciné ou de verre pulvérisé. On dessèche au bain-marie, puis dans l'étuve à eau bouillante, jusqu'à ce que le poids reste à peu près constant.

271. — *Recherche des graisses étrangères.*

a) On détermine *le poids spécifique* ou la densité apparente du beurre à la température d'ébullition de l'eau et rapportée à l'eau à 15°. Cette détermination se fait par voie aréométrique dans l'appareil à manchon de vapeur.

b) Le pouvoir réfringent est déterminé à 40°, à l'aide du réfractomètre de Zeiss.

c) On pratique *l'essai à l'acide sulfurique, selon Kreis.* — La margarine ou les mélanges de beurre et de margarine ne

se dissolvent qu'au bout d'un certain temps, plus ou moins long, suivant la proportion de graisse étrangère que renferme le beurre.

d) L'indice de Reichert-Meissl est déterminé à l'aide d'un des deux procédés ci-après.

α. Méthode ordinaire.

On pèse exactement 5 gr. de la matière grasse, exempte d'eau, dans un ballon d'une contenance de 350 cc. On fait fondre au bain-marie, puis on ajoute 10 cc. de potasse alcoolique (20 gr. de potasse caustique dans 100 cc. d'alcool à 70 p. c. en volume). On fait évaporer au bain-marie la plus grande partie de l'alcool, en remuant de temps en temps le mélange. Dès que le savon formé se prend en un liquide épais, on insuffle de temps à autre de l'air dans le ballon en agitant par secousses. On ajoute ensuite 100 cc. d'eau au savon desséché et l'on chauffe au bain-marie jusqu'à dissolution complète. La solution claire et refroidie est additionnée de 40 cc. d'acide sulfurique dilué au dixième. On introduit dans le ballon trois morceaux de pierre ponce de la grosseur d'un pois et l'on distille 110 cc. de liquide dans un intervalle de temps de 30 minutes environ. La distillation doit se faire dans le ballon même, auquel on adapte une rallonge à deux boules ayant 7 à 8 mm. de diamètre intérieur et munie d'un petit tube disposé de manière à empêcher que des particules liquides ne soient entraînées pendant l'opération. La longueur de la partie refroidie du réfrigérant doit être de 40 cm. au moins. On mélange soigneusement le liquide provenant de la distillation et on le filtre à travers un filtre plissé, sec, dans un flacon jaugé de 100 cc. On transvase ensuite le liquide dans un ballon plus grand, en ayant soin de laver le ballon jaugé et d'ajouter les eaux de lavage au reste du liquide ; on additionne de trois gouttes d'une solution de phénolphtaléine à 1 p. c. et l'on titre enfin à l'aide de la solution N/10 de potasse ou de soude jusqu'à ce que la coloration rouge persiste pendant une minute. On doit augmenter le nombre de cc. ainsi trouvé de 1/10 de ce nombre.

β. *Méthode à la glycérine sodée.*

On pèse exactement 5 gr. de matière grasse, débarrassée d'eau, dans un ballon de 350 cc.; on ajoute 20 cc. de glycérine sodée et l'on chauffe directement sur la flamme en remuant continuellement. On empêche le liquide, qui mousse fortement, de déborder en éloignant de temps en temps le ballon du feu. On chauffe jusqu'à ce que toute l'eau soit évaporée et que le liquide soit devenu limpide; on laisse refroidir pendant quelques minutes et l'on étend de 135 cc. d'eau que l'on ajoute d'abord goutte à goutte. Lorsque le savon est dissous, on introduit dans le ballon 5 cc. d'acide sulfurique dilué au cinquième et l'on continue l'opération comme dans la méthode précédente.

La glycérine sodée se prépare en mélangeant avec 180 gr. de glycérine pure (poids spécifique 1,26) 20 gr. d'une solution de 100 gr. de soude caustique dans 100 gr. d'eau distillée.

e) L'indice de saponification (Köttstorfer), c'est-à-dire le nombre de milligrammes de potasse caustique nécessaire à la saponification d'un gramme de matière grasse, est déterminé comme suit :

On traite, dans un ballon en verre de Bohême ou de Jéna, 2 gr. de matière grasse du beurre avec 25 cc. de potasse alcoolique, et l'on chauffe au bain-marie jusqu'à complète saponification (la potasse alcoolique se prépare en étendant à 1 litre, avec de l'alcool à 95 — 96 p. c. en volume, une solution de 30 gr. de potasse caustique dans 100 gr. d'eau). Après addition de trois gouttes de phénolphtaléine à 1 p. c., on titre l'excès de potasse avec la solution N/2 d'acide chlorhydrique. On détermine le titre de la potasse alcoolique après chaque essai, avec la même solution N/2 d'acide chlorhydrique.

272. — *Détermination du degré d'acidité.*

On dissout 10 gr. de matière grasse dans 50 cc. d'un mélange d'éther et d'alcool, et l'on titre avec la solution N/10

de soude en ajoutant de la solution de phénolphtaléïne comme indicateur.

1 degré d'acidité = 1 cc. de soude N pour 100 gr. de matière grasse.

273. — *Dosage de la matière grasse.*

On introduit dans une cartouche de papier à filtrer, environ 5 gr. de beurre frais prélevés en différents points de l'échantillon, et du sable calciné ou du verre pulvérisé. On dessèche à l'étuve et l'on épuise avec de l'éther dans l'appareil à extraction de Soxhlet.

274. — *Recherche des colorants toxiques.*

On agite le beurre fondu avec de l'éther de pétrole rectifié (p. spéc. 0,638) et l'on examine ensuite la solution en suivant les indications de Benedikt (Analyse der Fette.)

275. — *Recherche des substances conservatrices.*

On agite 20 gr. de beurre avec de l'eau chaude aiguisée d'acide sulfurique. La solution acide est essayée par les méthodes indiquées au chapitre : Substances conservatrices.

FROMAGE.

276. — *Définitions.*

Le *fromage* est le produit que l'on retire, soit du lait entier, soit du lait totalement ou partiellement écrémé, soit aussi du petit-lait ou de la crème. On l'obtient en faisant coaguler le lait sous l'influence de la présure ou d'une acidi-

fication appropriée; le coagulum est traité et travaillé convenablement (mise en forme, compression et salage) pour être soumis à la maturation. Le plus souvent la masse ainsi préparée est constituée, dans sa plus grande partie, par de la caséine (paracaséine), accompagnée d'une certaine quantité de matière grasse, et elle renferme encore un peu de petit-lait. Lorsqu'on fait cuire le petit-lait avec de l'acide lactique (petit-lait aigre), il s'en sépare de l'albumine dont on fait le séret.

Suivant la teneur des fromages en matière grasse, on distingue *les fromages à la crème* retirés d'un mélange de crème et de lait, *les fromages gras,* fabriqués avec le lait entier, *les fromages mi-gras,* provenant du lait partiellement écrémé et enfin *les fromages maigres,* préparés avec le lait écrémé.

Suivant l'élévation de la température atteinte pendant la fabrication et la plus ou moins grande finesse donnée aux grumeaux qui forment la pâte, on obtient des *fromages à pâte dure* ou à *pâte molle.*

277. — *Appréciation.*

La proportion de matière grasse contenue dans les fromages gras doit être au moins égale à celle des matières azotées.

Pour déterminer si la matière grasse du fromage provient bien du lait, on se basera sur les données établies pour l'appréciation de la matière grasse du beurre.

On doit considérer comme falsifié tout fromage qui a été additionné d'une matière grasse étrangère ou de substances amylacées (purée de pomme de terre et produits analogues).

Le fromage doit ne renfermer, en fait de substances inorganiques ajoutées, que du chlorure de sodium.

278. — *Dosage de l'eau.*

Pour cette détermination, ainsi que pour les autres, le fromage à pâte dure doit être finement râpé et analysé tel quel. Les fromages à pâte molle doivent être d'abord mé-

langés intimement et dans une proportion connue avec du sable blanc calciné et tamisé (100 gr. de fromage pour 400 gr. de sable).

2 à 3 gr. de fromage, soit pour les fromages mous la quantité correspondante du mélange indiqué ci-dessus, sont d'abord desséchés dans le vide, sur de l'acide sulfurique, puis dans l'étuve à eau, jusqu'à poids constant.

279. — *Dosage de la matière grasse.*

La méthode de Bondzynski doit être préférée à l'extraction dans l'appareil de Soxhlet.

On introduit directement dans le tube à boules gradué, à l'aide d'un flacon à peser convenable, à ouverture pas trop large, une quantité connue (1 gr.) du fromage finement râpé (ou la quantité correspondante du mélange avec le sable). On traite avec 20 cc. d'acide chlorhydrique de p. spéc. 1,1 renfermant environ 19 p. c. HCl. On chauffe sur une toile métallique, laisse refroidir, ajoute environ 30 cc. d'éther, agite doucement le mélange et laisse le tout reposer à une température de 40° environ. On prend note du volume de la couche éthérée, on en mesure 20 cc. que l'on introduit dans un flacon d'Erlenmeyer taré; on évapore, dessèche et pèse.

Lorsqu'on veut doser la matière grasse à l'aide de l'appareil à extraction de Soxhlet, on doit préalablement dessécher le fromage dans le vide et le pulvériser aussi finement que possible.

Pour les fromages de petit-lait (sérets), il faut d'abord humecter la substance avec une solution de carbonate de soude.

280. — *Dosage de l'azote total.*

Par la méthode de Kjeldahl, en opérant sur 1 à 2 gr.

281. — *Dosage des matières azotées solubles.*

On épuise par l'éther, à plusieurs reprises, 40 à 50 gr. de fromage râpé et desséché dans le vide. (Pour les fromages à pâte molle, on prend la quantité correspondante du mélange avec le sable).

Après avoir débarrassé la substance de l'éther qu'elle contient, en la faisant sécher à l'air, on détermine les quantités d'eau et de graisse qui restent dans le fromage.

On pèse alors 10 à 12 gr. de cette matière ainsi préparée, que l'on soumet à l'action de l'eau, à la température ordinaire, dans un ballon jaugé d'une contenance de 1/2 litre. On laisse digérer le mélange pendant 15 heures, puis on remplit le ballon avec de l'eau jusqu'au trait de jauge et l'on filtre.

On prend 50 à 100 cc. du liquide filtré clair, que l'on concentre fortement après l'avoir aiguisé d'un peu d'acide sulfurique; cette portion est réservée pour le dosage, selon Kjeldahl, de l'ensemble des matières azotées solubles.

Une autre portion de 100 cc. sert à la détermination de l'albumine soluble, par le procédé de Bondzynski et Stutzer. Dans ce but, on acidifie le liquide avec de l'acide sulfurique en excès et l'on précipite l'albumine à l'aide de l'acide phosphotungstique. On rassemble le précipité sur un filtre, on le lave à l'acide sulfurique très dilué et l'on dose de nouveau, d'après Kjeldahl, l'azote de ce précipité.

Comme l'acide phosphotungstique en solution acide précipite aussi l'azote ammoniacal du fromage, on doit d'abord doser cet azote par distillation avec le carbonate de baryum et le déduire de l'azote trouvé dans le précipité dû à l'acide phosphotungstique.

Le reste doit être considéré comme azote des matières albuminoïdes solubles.

En retranchant ce dernier et l'azote ammoniacal de l'azote total soluble, on obtient l'azote des composés amidés.

282. — *Recherche des matières grasses étrangères.*

On soumet 50 à 100 gr. de fromage, desséché dans le vide sur l'acide sulfurique, à l'extraction par l'éther de pétrole. La matière grasse ainsi isolée, est examinée par les méthodes indiquées pour le beurre (nº 271).

On peut aussi, pour isoler la matière grasse, employer le procédé Brehmer. On triture dans un mortier 100 gr. de fromage, frais et bien divisé, avec 200 cc. d'eau très faiblement acidulée par l'acide sulfurique ; l'eau, préalablement portée à une température de 20 à 30°, doit être ajoutée peu à peu. On laisse reposer l'émulsion ou on la soumet à l'action de la force centrifuge ; la graisse qui s'est séparée à la surface est pétrie avec de l'eau et fondue.

283. — *Dosage de l'acide lactique.*

Le fromage frais, râpé (10 gr.), est épuisé avec de l'eau chaude et les eaux filtrées sont titrées avec la soude N/10.

284. — *Dosage des matières minérales.*

Par calcination de 5 à 10 gr. de fromage, de préférence dans un four à moufle.

On peut doser le chlore (chlorure de sodium), dans la solution aqueuse des cendres, par titration avec la solution N/10 de nitrate argentique.

285. — *Recherche des colorants toxiques.*

De la même manière que pour le beurre (nº 274).

GRAISSES ET HUILES COMESTIBLES.

286. — *Définitions et appréciation.*

Beurre artificiel ou margarine : matière grasse ayant une apparence semblable à celle du beurre naturel.

Les prescriptions relatives à la teneur de ce produit en matière grasse et en eau, ainsi que celles concernant ses altérations et l'emploi de substances conservatrices, sont les mêmes que celles qui ont été indiquées pour le beurre.

Saindoux : matière grasse que l'on retire par fusion des tissus graisseux du porc.

Données pour l'appréciation :

Poids spécifique à 100° :	0,860—0,862.
Pouvoir réfringent à 40° :	49—53.
Indice d'iode :	55—65.

Les essais de Welmanns, d'Allen, de Bechi et de Baudouin ne peuvent pas donner de réaction.

Essai micro-cristallographique : cristaux en forme de tables.

Graisse de bœuf : celle que l'on retire par fusion des tissus graisseux du bœuf.

Données pour l'appréciation :

Poids spécifique à 100° :	0,858 — 0,860.
Pouvoir réfringent à 40° :	48 — 49.
Indice d'iode :	36 — 40.

Les essais de Welmanns, de Baudouin, de Bechi et d'Allen ne peuvent pas donner de réaction.

Essai micro-cristallographique : cristaux en aiguilles pointues.

Beurre de coco : matière grasse retirée des noix de coco et convenablement purifiée.

Données pour l'appréciation :

Poids spécifique à 100° :	0,870.
Pouvoir réfringent à 40° :	35.

Indice de Reichert-Meissl : 8.
Indice de saponification : 255.
Indice d'iode : 9.

Pas de réaction dans les essais de Welmanns, de Bechi, d'Allen et de Baudouin.

Graisses pour la cuisine : on comprend sous cette dénomination toutes sortes de mélanges de graisses comestibles liquides et solides.

Ces produits doivent avoir un aspect appétissant et ne pas présenter de signes d'altération sensibles au goût ou à l'odorat. Ils doivent être exempts d'eau et ne pas renfermer de substances non saponifiables.

Huile d'olive : celle que l'on retire par expression à froid de la partie charnue des olives.

Données pour l'appréciation :

Poids spécifique à 100° :	0,862 — 0,863.
» » à 15° :	0,916 — 0,918.
Pouvoir réfringent à 40° :	53 — 55.
Indice d'iode :	78 — 84.

Les essais d'Allen, de Baudouin et de Bechi ne peuvent pas donner de réaction.

Absence d'acide arachidique.

Huile de sésame : celle que l'on retire des graines de sésame (Sesamum orientale).

Données pour l'appréciation :

Poids spécifique à 100° :	0,868 — 0,870.
» » à 15° :	0,923 — 0,924.
Pouvoir réfringent à 40 :	59°.
Indice d'iode :	100 — 106.

Pas de réaction avec les essais d'Allen et de Bechi.

Réaction de Baudouin : coloration rouge intense.

Absence d'acide arachidique.

Huile d'arachide : huile retirée des graines d'arachides (Arachis hypogæa).

Données pour l'appréciation :

Poids spécifique à 100° :	0,864.
» » à 15° :	0,917 — 0,920.
Pouvoir réfringent à 40° :	55.
Indice d'iode :	92 — 101.

Pas de réaction avec les essais d'Allen, de Bechi et de Baudouin.

Présence d'acide arachidique.

Le saindoux, la graisse de bœuf, le beurre de coco et les huiles doivent avoir une odeur et une saveur normales et ne pas renfermer d'autres matières grasses, ni des substances non saponifiables, ni aucune substance étrangère.

287. — *Réaction de Baudouin*

(modifiée selon Villavecchia et Fabris).

On mélange 10 cc. d'huile avec 0,1 cc. de solution de furfurol (2 gr. de furfurol dans 100 cc. d'alcool); on ajoute 10 cc. d'acide chlorhydrique concentré (1,19) et l'on agite pendant 1/2 minute. Une coloration rouge dénote la présence d'huile de sésame.

Les huiles de Bari donnent souvent une faible coloration.

S'il se produit une autre coloration que la coloration rouge, la réaction n'est pas concluante.

288. — *Réaction de Bechi.*

On dissout 1 gr. de nitrate d'argent dans 5 cc. d'eau; on ajoute à cette solution 200 cc. d'alcool, 40 cc. d'éther et 0,1 cc. d'acide nitrique (1,40).

On mélange 10 cc. de matière grasse avec 3 cc. du réactif ci-dessus et l'on chauffe au bain-marie bouillant, pendant

15 minutes. En présence d'huile de coton, le liquide prend une coloration brune allant jusqu'au noir.

Dans certains cas, on doit aussi faire l'essai en employant le réactif à l'huile de colza (Benedikt, Analyse der Fette, p. 486).

289. — *Réaction de Welmanns.*

On neutralise 5 gr. d'acide molybdique avec une solution de carbonate de soude et l'on évapore à sec après avoir ajouté 1 gr. de phosphate de soude. On introduit le résidu dans une capsule de platine et on le soumet à la fusion. On dissout ensuite la masse dans de l'eau bouillante, on ajoute 7 cc. d'acide nitrique concentré, puis on étend avec de l'eau jusqu'à 100 cc.

On peut aussi dissoudre 5 gr. de phosphomolybdate de soude du commerce dans de l'eau, ajouter l'acide nitrique concentré et étendre à 100 cc.

On dissout 1 cc. de la matière grasse à examiner dans 5 cc. de chloroforme et l'on agite, avec 2 cc. du réactif ci-dessus, pendant 1 minute. En présence de corps gras d'origine végétale (à l'exception du beurre de coco), la couche aqueuse prend une coloration verte qui passe au bleu par addition d'ammoniaque.

290. — *Réaction d'Allen.*

On agite ensemble, pendant 1/2 minute, des volumes égaux de matière grasse et d'acide nitrique (1,4); on laisse reposer pendant 15 minutes. La présence d'huile de coton se traduit par une teinte brun café.

291. — *Essai micro-cristallographique.*

On dissout 1 cc. de matière grasse dans 20 cc. d'éther et on laisse séjourner cette solution, pendant une nuit, dans une glacière. On décante ensuite l'éther, on ajoute quelques gouttes

d'huile au dépôt cristallin et l'on examine les cristaux au microscope à un grossissement d'environ 100 diamètres. Tous les corps gras, le saindoux excepté, cristallisent dans ces conditions en aiguilles pointues. La graisse de porc pure cristallise en tables.

292. — *Recherche de l'acide arachidique, d'après Kreis.*

On saponifie 20 cc. d'huile en la chauffant avec 10 cc. de lessive de soude (40 p. c.) et 50 cc. d'alcool ; après évaporation de l'alcool, on précipite les acides gras par addition d'acide chlorhydrique et on les dissout dans 300 cc. d'éther. Dans cette solution maintenue à 30°, on verse une solution également portée à 30°, composée de 15 gr. d'acétate de plomb dissous dans 150 cc. d'alcool ; on laisse reposer 12 heures. L'oléate de plomb reste en solution et les sels de plomb des acides gras solides se séparent peu à peu. On décante la solution éthéro-alcoolique claire, on porte le résidu sur un filtre où on le lave une fois avec de l'éther.

Pour décomposer les sels de plomb des acides gras solides, on les traite avec 250 cc. d'acide chlorhydrique à 5 p. c. et l'on fait bouillir le liquide jusqu'à ce que les acides gras surnagent sous forme d'huile absolument limpide. On lave ensuite cette huile avec de l'eau bouillante aiguisée d'un peu d'acide chlorhydrique, jusqu'à ce que l'eau de lavage ne renferme plus trace de plomb.

On laisse refroidir, on comprime le gâteau d'acides gras entre des feuilles de papier à filtrer, puis on le fait dissoudre, à une douce chaleur, dans 100 cc. d'alcool à 90 p. c. et l'on place le récipient contenant la solution dans de l'eau à 15°.

S'il ne se forme pas de précipité au bout d'une demi-heure, c'est que la solution ne renferme pas d'acide arachidique. Si, au contraire, il se forme un précipité cristallin, on s'assurera de l'identité de la substance précipitée en déterminant son point de fusion, après purification par 2 ou 3 cristallisations successives dans l'alcool à 90 p. c. : le point de fusion de l'acide arachidique est de 74 à 75°.

Pour déterminer la teneur d'une huile en huile d'arachide, on pèsera, après dessiccation, le produit de la première cristallisation. Le poids de l'acide arachidique multiplié par 110 donne approximativement la teneur centésimale en huile d'arachide.

293. — *Recherche de l'eau.*

Par chauffage dans un tube à essai, en évitant de dépasser la température de 120°.

294. — *Recherche des substances non saponifiables.*

On saponifie 10 gr. de matière grasse à l'aide de potasse ou de soude alcoolique. Après évaporation de l'alcool, le résidu doit former avec l'eau distillée une solution parfaitement claire.

295. — *Détermination du poids spécifique.*

A la température d'ébullition de l'eau, dans l'appareil d'Ambühl, à manchon de vapeur.

On peut aussi déterminer le poids spécifique des huiles, à 15°, au moyen d'un aréomètre ou d'un picnomètre.

296. — *Détermination du pouvoir réfringent.*

A 40°, au réfractomètre de Zeiss.

297. — *Détermination du point de solidification des acides gras, selon Dalican.*

On remplit aux deux tiers, avec les acides gras à analyser, un tube à essai de 2 cc. de diamètre. On chauffe jusqu'à ce que les deux tiers de la masse soient fondus : en remuant alors le mélange, le reste de la substance doit se liquéfier. On

plonge dans le liquide un thermomètre gradué en cinquièmes de degrés, la boule étant placée au milieu des acides gras. Lorsque les acides gras commencent à cristalliser sur les bords, on remue le tout et l'on observe à quelle température le thermomètre reste fixe pendant environ deux minutes. Cette température est le point de solidification.

298. — *Détermination de l'échauffement sulfurique, d'après Maumené.*

On introduit 50 gr. de matière grasse (fondue si c'est nécessaire) dans un becherglas d'une contenance de 100 cc. et de 5 centimètres de diamètre. On le place dans un bain-marie porté à 40—42°. On laisse alors rapidement couler dans la graisse, en remuant vivement, 10 cc. d'acide sulfurique contenant 95,6 p. c. d'acide monohydraté et préalablement chauffé à 40°. On se sert d'un thermomètre en guise d'agitateur et l'on détermine l'élévation de température obtenue dans ces conditions.

299. — *Détermination du degré d'acidité.*

Voir Beurre (n° 272).

300. — *Détermination de l'indice de saponification.*

Voir Beurre (n° 271, *e*).

301. — *Détermination de l'indice de Reichert-Meissl.*

Voir Beurre (271, *d*).

302. — *Détermination de l'indice d'iode, selon Hübl.*

On prépare les réactifs ci-après :

Solution de 25 gr. d'iode dans 500 cc. d'alcool ;

Solution de 30 gr. de bichlorure de mercure dans 500 cc. d'alcool ;

Solution de 25 gr. d'hyposulfite de soude dans 1,000 cc. d'eau;

Solution de 10 gr. d'iodure de potassium dans 100 cc. d'eau;

Solution aqueuse de bichromate de potasse, renfermant 3,874 gr. de ce sel par litre;

Solution d'amidon : on fait bouillir pendant 5 minutes 100 cc. d'eau avec environ 1 gr. d'amidon, puis on étend d'eau à 500 cc.

On détermine le titre d'après Volhard, en introduisant dans un ballon 10 cc. de solution d'iodure de potassium et 20 cc. de la solution de bichromate, ajoutant 5 cc. d'acide chlorhydrique concentré et titrant avec la solution d'hyposulfite. La solution de bichromate met 0,2 gr. d'iode en liberté.

On pèse exactement, dans un flacon bouché à l'émeri, environ 0,2 gr. de la matière grasse à examiner, si l'on a affaire à une huile siccative, ou 0,3 à 0,5 gr. s'il s'agit d'une huile non siccative ou de graisse solide.

On ajoute 10 cc. de chloroforme et, après dissolution de la matière grasse, 20 cc. de la solution d'iode et 20 cc. de la solution de bichlorure de mercure. En même temps on détermine le titre du mélange des deux solutions d'iode et de bichlorure de mercure; on fait également un essai à blanc. Ce dernier, ainsi que l'essai avec l'huile, est laissé au repos pendant quatre heures au moins, puis on ajoute de l'eau et suffisamment de solution d'iodure de potassium pour qu'il ne reste pas d'iodure de mercure non dissous. On détermine alors la quantité d'iode en excès au moyen de la solution d'hyposulfite. L'indice d'iode est le chiffre indiquant combien pour cent d'iode est absorbé par une huile ainsi traitée.

303. — *Dosage de l'eau.*

Voir Beurre (n° 270).

VIANDES, CHARCUTERIES ET CONSERVES.

304. — *Définitions.*

Viandes : fibres musculaires des animaux, entremêlées d'éléments nerveux, tendineux, graisseux et osseux.

Conserves de viande : viandes conservées par le fumage, le salage, la dessiccation, la cuisson, une réfrigération suffisante ou le maintien à l'abri de l'air.

Certaines préparations, telles que les *poudres de viande*, les *extraits de viande* et les *peptones*, rentrent dans la même catégorie.

Charcuteries : saucissons, saucisses au foie, boudins, galantines, etc.

305. — *Appréciation.*

La viande et ses préparations ne peuvent renfermer des impuretés nuisibles à la santé, telles que des composés métalliques vénéneux, des médicaments nuisibles, des ptomaïnes, des matières infectieuses, des parasites, etc.

On peut distinguer la viande de cheval des autres espèces de viande, en se basant sur les données ci-après :

	Graisse de cheval	Graisse de bœuf
Pouvoir réfringent à 40° (Zeiss)	51—59	43—45
Indice d'iode	80—94	35—44

Les viandes de bœuf, de porc et de mouton ne renferment en général pas de glycogène et elles ne renferment que peu de glucose (au maximum 0,25 p. c.), tandis que l'on trouve dans la viande de cheval de 0,5 à 1 p. c. de glycogène et de 0,14 à 0,42 p. c. de glucose.

L'enveloppe des saucisses doit être intacte; la tranche fraîchement coupée doit avoir une consistance et une couleur homogènes.

A l'exception des saucisses à griller, les saucisses renfermant plus de 60 p. c. d'eau doivent être considérées comme une marchandise de valeur inférieure, dont la vente ne doit pas être tolérée.

306. — *Recherche de la viande de cheval.*

Dosage du glycogène, d'après Niebel. — On chauffe, au bain-marie, 50 gr. de viande hâchée avec 200 cc. de lessive de potasse à 1 p. c. jusqu'à dissolution complète de la viande. Après refroidissement, on neutralise la liqueur avec de l'acide chlorhydrique et on la traite alternativement par une solution d'iodure double de mercure et de potassium et par de l'acide chlorhydrique, jusqu'à précipitation complète de l'albumine. On filtre, on enlève du filtre le précipité encore humide, on le mélange avec de l'eau additionnée de quelques gouttes d'acide chlorhydrique et de solution d'iodure de mercure et de potassium, et l'on filtre à nouveau. Après avoir répété plusieurs fois cette opération, on réunit les produits de ces filtrations successives et l'on ajoute au liquide ainsi obtenu le double de son volume d'alcool à 96 p. c. Le glycogène précipité est recueilli sur un filtre et dissous dans l'eau chaude, puis l'on débarrasse cette solution des dernières traces d'albumine par une nouvelle addition d'acide chlorhydrique et de solution d'iodure de mercure; on filtre encore une fois, on précipite à nouveau le glycogène, on le recueille sur un filtre taré, on le lave à l'alcool, puis à l'éther, on sèche à 110° et l'on pèse.

Dosage du glucose. — On cuit la viande dans de l'eau, on précipite les matières albuminoïdes par l'addition d'une petite quantité d'acide nitrique, on neutralise et on dose le glucose dans le liquide filtré.

307. — *Recherche des substances conservatrices.*

a) *Borax et acide borique.* — On fait bouillir 50 à 100 gr. de viande finement hâchée dans la même quantité d'eau. Après refroidissement, on décante la solution ainsi obtenue,

on la traite avec 10 cc. d'acide chlorhydrique concentré, on fait bouillir et l'on filtre. Lorsqu'une bande de papier de curcuma, plongée dans le liquide filtré et séchée à 100°, prend une coloration rouge brun passant, sous l'action d'un alcali, au vert pouvant aller jusqu'au bleu, la présence d'acide borique est démontrée.

b) *Acide salicylique.* — On fait cuire 20 gr. de viande dans 40 cc. d'une solution de carbonate de soude très diluée. Après quelques instants, on décante la solution, que l'on acidifie avec de l'acide sulfurique et que l'on agite ensuite avec de l'éther. Le résidu d'évaporation de la solution éthérée est redissous dans l'eau et essayé avec une solution très diluée de perchlorure de fer.

c) *Sels de l'acide sulfureux.* — On acidifie 50 gr. de viande avec de l'acide phosphorique, on ajoute 100 cc. d'eau et l'on distille dans un courant d'acide carbonique. Le liquide distillé est reçu dans une solution d'iode N/100 additionnée d'une petite quantité de solution d'amidon. On peut aussi essayer le liquide avec du chlorure de baryum pour rechercher l'acide sulfurique.

308. — *Dosage de l'eau.*

On étale environ 10 gr. de viande hâchée dans une capsule plate et l'on sèche à 105°, durant trois heures.

309. — *Recherche et dosage de l'amidon dans les charcuteries.*

a) *Essai qualitatif.* — On imbibe de teinture d'iode la surface fraîchement coupée des saucisses cuites et froides. S'il s'agit de saucisses crues, on triture un peu de la chair à saucisse avec de l'eau chaude et on laisse se séparer l'eau, que l'on essaie ensuite avec de la teinture d'iode. S'il se produit une coloration bleue, on procédera à un examen microsco-

pique afin de déterminer la nature de la matière féculente ajoutée.

b) *Détermination quantitative, d'après Ambühl.* — Après avoir reconnu la nature de la fécule, on triture 2 gr. de chair à saucisse finement hâchée avec 100 cc. d'eau; si la masse est grossièrement divisée, on en prendra 10 gr. que l'on traitera avec 500 cc. d'eau. On fait ensuite bouillir le mélange pendant dix minutes et l'on complète le volume du liquide à 200 cc. ou à 1,000 cc. D'autre part, on prépare une solution d'amidon d'une concentration connue (0,1 gr. de farine dans 500 cc. d'eau), que l'on fait également bouillir pendant dix minutes. On ajoute alors de l'iode aux deux liquides ainsi obtenus et l'on compare la coloration bleue des deux solutions.

310. — *Recherche des matières colorantes.*

On chauffe au bain-marie, pendant une demi-heure environ, 10 gr. de la chair à saucisse avec de l'alcool à 50 p. c.; on ajoute alors au liquide décanté 1 centimètre carré d'un tissu de laine et une petite quantité de bisulfate de potasse et l'on évapore à sec. Si la laine se colore, la présence d'une matière colorante dérivée de la houille est démontrée.

Pour rechercher la cochenille (carmin), on fait macérer 10 gr. de la chair à saucisse avec de l'alcool ammoniacal. Ce dernier prend une coloration rouge en présence de cochenille.

311. *Recherche des altérations (putréfaction).*

a) Essai avec le réactif d'Eber pour la recherche de l'*ammoniaque.*

On mélange 1 partie d'acide chlorhydrique avec 3 parties d'alcool et 1 partie d'éther. On verse dans un tube à essai un

peu large une quantité de réactif suffisante pour en recouvrir le fond; puis, après avoir agité vivement le tube, on y introduit un morceau, gros comme un pois, de la viande à examiner, de sorte qu'il se trouve à 1 ou 2 centimètres au-dessus de la surface du liquide. Si la viande est en putréfaction, il se produit des fumées blanches.

b) Détermination du degré d'*acidité* de la graisse (voir Beurre, n° 272.)

FARINES.

312. — *Définitions.*

Les farines sont des poudres d'une finesse variable, obtenues par la mouture, selon différents procédés, de diverses graines, mais surtout de graines de céréales; elles sont plus ou moins complètement débarrassées des éléments de l'enveloppe des graines.

Les matières premières employées pour fabriquer les farines sont surtout le froment et le seigle; puis viennent, parmi les céréales : l'orge, l'avoine, le maïs et le riz ; parmi les légumineuses : les pois, les haricots et les lentilles; enfin le sarrasin ou blé noir.

313. — *Appréciation.*

Les farines de bonne qualité doivent être sèches au toucher et ne pas s'agglomérer en boules; la couleur doit correspondre à la finesse et à la qualité du produit. Elles doivent présenter une odeur douce et fraîche, et ne pas avoir une saveur acide ou rance. On ne peut y trouver ni débris de graines étrangères à leur composition (mauvaises herbes), ni champignons inférieurs, ni insectes parasites, ni impuretés animales ou minérales.

La composition des farines de froment et de seigle doit répondre aux exigences suivantes :

Eau : maximum 18 p. c.

Cendres dans la farine de froment : 1,5 p. c. au plus ;

— — seigle : 2,0 p. c. —

Sable : maximum 0,25 p. c.

Les farines ne peuvent pas renfermer de particules de métaux toxiques, tels que le plomb (provenant de meules réparées au moyen de ce métal).

On ne peut y trouver qu'un petit nombre de grains d'amidon gonflés, fendillés ou creux.

La réaction faiblement acide de l'eau dans laquelle on a fait macérer les farines n'est pas un signe d'altération de ces dernières ; par contre, les farines fortement acides sont suspectes.

Les farines destinées à la panification doivent présenter un pouvoir panificateur normal, lequel dépend surtout de l'état et de la qualité du gluten.

314. — *Analyse microscopique.*

On observera la forme et la grosseur relative des grains d'amidon, ainsi que les caractères anatomiques des débris de tissus végétaux qui s'y trouvent disséminés.

315. — *Essai par le chloroforme.*

On introduit, dans un tube à essai, 20 cc. de chloroforme, environ 2 cc. de farine et quelques gouttes d'eau. On agite en ayant soin de fermer le tube avec le pouce et on laisse reposer le mélange. La farine reste en suspension dans le liquide, tandis que les matières minérales ajoutées tombent au fond du tube sous forme de poudre blanchâtre.

Lorsque ce sédiment est en quantité notable, on le sépare

par décantation du chloroforme et de la farine, et on l'examine au point de vue de la présence des carbonates, des silicates ou du sulfate de baryum.

316. — *Dosage de l'eau.*

On étale dans une capsule plate 3 à 5 gr. d'un échantillon représentant bien la composition moyenne de la farine à examiner, et l'on dessèche jusqu'à poids constant dans l'étuve à glycérine.

317. — *Dosage et examen des matières minérales.*

On incinère 2 à 3 gr. de farine dans le fourneau à moufle et l'on pèse.

La partie des cendres qui ne se dissout pas à chaud dans de l'acide chlorhydrique renfermant 10 p. c. de HCl, doit être considérée comme formée par du sable.

Les cendres des légumineuses sont hygroscopiques, contiennent beaucoup de chlorure et brunissent le papier de curcuma.

On recherchera aussi dans les cendres soit les substances minérales ajoutées, telles que la craie, le gypse, le spath pesant, soit les produits destinés à augmenter le pouvoir panificateur de la farine, tels que l'alun et le sulfate de cuivre, soit enfin les débris provenant des meules.

318. — *Dosage et essai du gluten.*

On sépare d'abord le gluten en malaxant, sous un mince filet d'eau, la farine contenue dans un sac de toile, et l'on pèse ensuite la masse humide qui reste.

L'aleuromètre de Boland est un appareil destiné à déterminer la qualité du gluten. Cette détermination repose sur

l'expansibilité du gluten placé dans un tube dont les parois sont huilées et que l'on chauffe à 150° dans un bain d'huile.

319. — *Dosage des principes constituants.*

On dose l'*amidon* d'après la méthode de Rupp, en chauffant, pendant 4 heures, 2 à 3 gr. de farine débarrassée de sa matière grasse, avec 100 cc. d'eau. A cet effet, on introduit le mélange dans un flacon à pression et l'on place le tout dans un bain de paraffine porté à 135—140°. Après refroidissement, on filtre, on transforme l'amidon dissous en sucre en chauffant la solution avec de l'acide chlorhydrique et l'on dose, par la liqueur de Fehling, le sucre contenu dans le liquide préalablement étendu et neutralisé.

On obtient la teneur en *substances protéiques* en multipliant par le facteur 6,25 la quantité d'azote trouvée par la méthode de Kjeldahl.

320. — *Recherche des graines de mauvaises herbes et des végétaux cryptogamiques.*

L'ergot de seigle, la nielle des blés, l'ivraie, la vesce, la carie du blé (Tilletia caries), le melampyrum arvense, toutes impuretés qui peuvent se rencontrer dans la farine, sont décelés par l'examen microscopique et l'analyse chimique.

Essai de Vogel, par chauffage avec de l'alcool mélangé d'acide chlorhydrique ou sulfurique. — On agite, à une chaleur modérée, 2 gr. de farine avec 10 cc. d'alcool à 70 p. c. renfermant dans 100 parties 5 parties d'acide chlorhydrique concentré (1,19). On laisse reposer et l'on observe la coloration du liquide au-dessus du dépôt. Avec de la farine de froment ou de seigle, le liquide reste complètement blanc; une teneur de 5 p. c. en farine de nielle le colore en jaune orangé et une proportion de 5 à 10 p. c. de farine de vesce lui donne une teinte rouge rosée. Une quantité plus forte de ces impuretés provoque une coloration violette; l'ergot de seigle (5 p. c.) produit une teinte rose chair.

Recherche du seigle ergoté, par la réaction de Hoffmann. — On fait macérer, pendant 5 à 6 heures, 10 gr. de farine dans un mélange de 20 gr. d'éther et de 10 gouttes d'acide sulfurique dilué (1 + 4). On filtre et on lave à l'éther jusqu'à ce que l'on ait recueilli 20 cc. de liquide filtré. Ce dernier est additionné de 10 à 15 gouttes d'une solution saturée à froid de bicarbonate de soude, puis on agite vigoureusement le mélange. La présence de seigle ergoté se manifeste par la production d'une coloration violette. Cette méthode permet de reconnaître avec certitude une proportion de 0,01 p. c. d'ergot de seigle.

321. — *Recherche de l'alun.*

a) *Au moyen de la teinture de campêche.* — On fait macérer 5 gr. de bois de campêche dans 100 cc. d'alcool à 96 p. c. et on filtre le liquide. On remplit un tube à essai jusqu'au tiers avec de la farine, que l'on humecte avec un peu d'eau ; on ajoute quelques cc. d'alcool et quelques gouttes de teinture de campêche fraîchement préparée, on secoue vivement le tout, puis on achève de remplir le tube avec une solution saturée de chlorure de sodium, en ayant soin de ne plus agiter. La présence d'alun (0,05 à 0,1 p. c.) se traduit par une coloration bleue ; si la proportion d'alun n'est que de 0,01 p. c., il se produit encore une coloration violette.

b) *Par la réaction de l'alizarine.* — On humecte 0,25 à 0,50 gr. de farine avec quelques gouttes d'une solution alcoolique d'alizarine à 1 p. c., puis on ajoute quelques gouttes d'eau et l'on chauffe au bain-marie : si la farine renferme de l'alun, elle prend une coloration rouge, qui se manifeste encore avec une proportion d'alun de 0,05 à 0,1 p. c.

322. — *Recherche des altérations.*

a) Examen organoleptique : humidité, présence de grumeaux, odeur de moisi, amertume, goût douceâtre, coloration anormale, impuretés d'origine animale ;

b) Examen microscopique : grains d'amidon désagrégés provenant de graines déjà germées, moisissures et bactéries ;
c) Réactions chimiques : augmentation de la quantité de matière soluble, état du gluten.

PAIN.

323. — *Définition.*

Le pain est le produit de la cuisson d'une pâte obtenue par pétrissage de la farine avec de l'eau et préalablement soumise à l'influence de substances capables de la faire lever, telles que la levure, la pâte aigrie ou des mélanges de corps chimiques dégageant des gaz par la chaleur (poudres à cuire).

On distingue différentes variétés de pain, suivant la nature de la farine et le mode de préparation employés. Citons entre autres le pain blanc, le pain noir, le pain de Graham, le pain de seigle, le pain au lait, les petits pains blancs, les biscuits, etc.

324. — *Appréciation.*

La proportion d'eau contenue dans le pain frais ne peut pas dépasser 40 p. c.

Le pain très humide et celui qui ne devient pas rassis au bout d'un laps de temps convenable, sont suspects d'être additionnés de fécule de pomme de terre.

La quantité de cendres, déduction faite du chlorure de sodium, ne peut pas dépasser 2,5 p. c.

Tout pain qui est souillé par des moisissures, qui présente une consistance coriace, ou qui s'étire comme du caoutchouc avant de se rompre, doit être considéré comme impropre à la consommation.

325. — *Analyse.*

Elle comporte, outre le dosage de l'eau et le dosage des cendres, la recherche du seigle ergoté, des débris de graines de mauvaises herbes, des substances destinées à augmenter le poids du pain, enfin des matières nuisibles à la santé, ajoutées dans le but d'augmenter le pouvoir panificateur de la farine : sulfate de cuivre, sulfate de zinc et alun.

PATES ALIMENTAIRES.

326. — *Définitions.*

Sous ce titre, on comprend les macaronis, les nouilles et les préparations destinées à certains potages (vermicelles, lettres, étoiles).

Ces produits sont préparés à l'aide de semoules de froment riches en gluten.

En ajoutant des œufs à la pâte, on obtient les pâtes aux œufs.

327. — *Appréciation et procédés d'analyse.*

Les produits de bonne qualité doivent être exclusivement fabriqués avec de la semoule de froment renfermant 10 à 14 p. c. de substances azotées.

Les pâtes ne peuvent pas présenter un goût acide ou de moisi ; l'eau de cuisson doit être à peine acide.

La coloration artificielle des pâtes ne doit pas être tolérée. On recherche la matière colorante ajoutée, en extrayant cette dernière à l'aide d'alcool chaud dilué et en observant ensuite l'action des acides et des alcalis sur le liquide alcoolique.

Pour déceler les matières colorantes dérivées de la houille, il est bon de faire un essai de teinture.

La preuve que les pâtes aux œufs renferment réellement des œufs peut être faite, non seulement par la constatation de l'absence de colorant artificiel, mais encore par le dosage de l'azote et de la matière grasse, ainsi que par la détermination du pouvoir réfringent de l'extrait éthéré, ou encore par le dosage de l'acide phosphorique dans ce même extrait.

FARINES LACTEES.

328. — *Définition.*

Ce sont des préparations composées d'un mélange desséché de lait et de farine de céréales ou de légumineuses, et dont on a cherché, par un procédé quelconque, à rendre l'amidon aussi soluble que possible.

329. — *Appréciation.*

Les farines lactées doivent avoir le goût agréable, un peu douceâtre, d'un produit frais et ne pas renfermer de moisissures encore capables de se développer. Le but de ces préparations étant de servir d'aliments aux nourissons, leurs constituants doivent tous se trouver sous la forme la plus assimilable, et la proportion relative de chacun d'eux doit se rapprocher le plus possible de celle des composants du lait maternel.

Teneur maximum en eau : 7 p. c. ; — en sucre : 40 p. c.

Teneur minimum en matière grasse : 4 p. c.

La matière grasse doit provenir exclusivement du lait et n'être ni rance, ni acide. La majeure partie des matières albuminoïdes doit aussi provenir du lait.

La proportion des hydrates de carbone solubles, comparée à celle des hydrates insolubles, doit être aussi forte que possible. Il ne peut y avoir que des traces de cellulose.

Les farines lactées doivent être stérilisées si possible et livrées au commerce dans un emballage convenable.

POIVRE.

330. — *Définitions.*

Poivre noir : fruit incomplètement mûri et séché du poivrier (Piper nigrum L).

Poivre blanc : fruit mûr, sec et débarrassé de sa coque.

331. — *Appréciation.*

La présence de petites quantités de grabeaux de poivre dans le poivre blanc, et de pédoncules de poivre dans le poivre noir, est tolérée.

Données analytiques :

		Poivre noir.	Poivre blanc.
Cendres.	Maxim.	6,5 p. c.	3.5 p. c.
Partie des cendres insoluble à chaud dans l'acide chlorhydrique à 10 p. c. de HCl. .	»	2 »	1 »
Cellulose	»	30 »	7 »
Substances saccharifiables, calculées en glucose	Minim.	40 »	55 »
Eau.	»	12 à 15 p. c.	

Les falsifications du poivre entier sont rares et facilement reconnaissables.

Les matières habituellement employées pour la falsifica-

tion du poivre sont : les coques de poivre, les farines de céréales, les grignons (noyaux) d'olives, la poudre d'amande de palmier, la poudre d'écorces et certaines substances minérales. On peut encore citer le pain, la farine de gland, la poudre de noyau de datte, la sciure de bois, les graines de paradis (maniguette), etc.

332. — *Examen microscopique.*

La poudre d'amande de palmier est reconnaissable aux débris irréguliers de l'endosperme, dont les cellules à parois épaisses, garnies de grands pores arrondis, restent incolores ou prennent tout au plus une coloration jaune par l'addition de teinture d'iode.

Les grignons d'olives sont caractérisés par leurs cellules pierreuses, grandes et incolores (jamais jaunes) formant des amas en forme de petits mamelons.

333. — *Analyse chimique.*

Lorsque l'analyse microscopique a décelé la présence de coques de poivre ou de grignons d'olives, on peut en déterminer approximativement la quantité en faisant un dosage de *cellulose* d'après la méthode de König.

Pour cela, on introduit 3 gr. de la substance dans un ballon de Kjedahl, on ajoute 300 cc. de glycérine (1,230) et 4 gr. d'acide sulfurique concentré, et l'on porte à l'ébullition pendant une heure. On laisse refroidir à 80°, on dilue avec 250 gr. d'eau chaude, on filtre à travers un tampon d'amiante, on lave d'abord avec 300 à 400 cc. d'eau chaude, puis avec 50 cc. d'alcool chaud et, finalement, avec de l'éther alcoolique juqu'à ce que le liquide filtré passe incolore. Le résidu restant sur le filtre est desséché, pesé, calciné et pesé à nouveau. La différence des deux pesées donne la quantité de cellulose exempte de cendres.

Lorsqu'il s'agit d'amandes de palmier, on détermine, s'il y a lieu, la quantité de *substances saccharifiables*.

Il va sans dire que ces dosages n'ont aucune utilité lorsqu'il y a en même temps addition d'amidon et des produits susnommés.

Les grignons d'olives ne renferment pas plus de 1,2 p. c. de matière azotée, tandis que le poivre en contient de 10 à 13,7 p. c.; il est donc évident qu'un dosage de l'*azote* pourra être de quelque utilité dans la recherche de cette falsification.

On pourra, au besoin, afin d'être encore mieux renseigné, faire un dosage de la *pipérine* ou encore déterminer l'*extrait alcoolique*.

PIMENT.

334. — Le piment (piment ou poivre de la Jamaïque) est le fruit, desséché et non parvenu à maturité complète, d'une myrtacée (Pimenta acris Wright).

Teneur maximum en cendres : 6 p. c.

Portion des cendres insoluble à chaud dans l'acide chlorhydrique à 10 p. c. de HCl. : 0,5 p. c.

Les substances employées pour la falsification de la poudre de piment sont à peu près les mêmes que celles qui ont été mentionnées pour le poivre; nous devons cependant ajouter à cette liste les griffes (pédoncules) de girofle et le bois de santal râpé.

PIMENT ROUGE.

335. — *Définition.*

Le piment rouge (piment des jardins, poivre d'Espagne, de Cayenne, etc.) est constitué par le fruit mûr de plusieurs

espèces de plantes herbacées du genre Capsicum et, en particulier, du Capsicum annuum L.

La poudre du piment rouge est préparée au moyen des fruits plus ou moins débarrassés de leurs graines.

336. — *Appréciation.*

Les cendres doivent être d'un blanc pur et ne pas dépasser une proportion de 5 p. c.

La partie des cendres insoluble à chaud dans l'acide chlorhydrique à 10 p. c. de HCl ne peut pas être supérieure à 0.5 p. c.

Extrait alcoolique : minimum 25 p. c.

Les principales substances ajoutées dans un but d'adultération sont : le bois de santal, le curcuma, la farine de tourteaux et de céréales, certaines matières minérales, etc.

337. — *Examen microscopique.*

Le piment rouge ne renferme que peu d'amidon, lequel se présente sous forme de très petits grains; il n'y a pas de cellules pierreuses, exception faite des cellules épidermiques particulières que l'on rencontre dans l'enveloppe des graines. Tous les éléments du fruit sont parsemés de gouttelettes huileuses rouges.

338. *Analyse chimique.*

On détermine, s'il y a lieu, l'*extrait alcoolique*.

MUSCADE.

339. — La noix de muscade est l'amande desséchée, généralement roulée dans la chaux, de la graine du muscadier (Myristica fragrans, Houttuyn). Elle se trouve toujours entière dans le commerce.

Teneur maximum en cendres : 5 p. c.

Partie des cendres insoluble à chaud dans l'acide chlorhydrique à 10 p. c. de HCl : 0,5 p. c. au plus.

Les noix de muscades gâtées, ainsi que celles qui sont fabriquées de toutes pièces avec un mélange de poudre de noix de muscade, de farine, d'argile et de beurre de muscade, sont aisément reconnaissables.

MACIS.

340. — On désigne sous le nom de macis l'arille desséché qui enveloppe incomplètement la noix de muscade.

Les cendres ne peuvent pas dépasser la proportion de 2 p.c., dont la partie insoluble à chaud dans l'acide chlorhydrique à 10 p. c. de HCl s'élèvera au plus à 0.5 p. c.

Le dosage de l'huile essentielle et de l'huile grasse permet, le cas échéant, de constater si la substance a été totalement ou partiellement privée de ses principes aromatiques.

Les substances, aisément reconnaissables du reste, qui servent à la falsifier, sont le curcuma et le macis de Bombay.

MOUTARDE.

341. — *Définition.*

La moutarde est constituée surtout par les semences réduites en poudre de la moutarde noire (Sinapis nigra L.) et aussi de la moutarde blanche (Sinapis alba L.).

La moutarde de table est préparée avec de la poudre de moutarde délayée dans du vinaigre et additionnée de certaines épices et de sel ou de sucre.

342. — *Appréciation.*

La moutarde en poudre ne peut pas donner plus de 5 p. c. de cendres.

La teneur en essence varie entre 1 et 2 p. c.

Les falsifications consistent à mélanger la moutarde avec de la farine de céréales ou de semences d'autres crucifères, en particulier avec celles de diverses espèces du genre Brassica. On l'additionne aussi de substances minérales. On se sert de curcuma comme colorant.

343. — *Examen microscopique.*

Il permet de reconnaître facilement les falsifications ; exception doit être faite, cependant, en ce qui concerne l'adultération par addition de semences de crucifères d'espèces voisines : la présence de ces dernières est difficile à déceler.

La moutarde ne renferme pas de fécule.

344. — *Analyse chimique.*

Pour doser l'*essence*, doser le soufre total contenu dans la substance ; en déduire le soufre provenant des sulfates ; multiplier le reste par le facteur 2,72.

VANILLE.

345. — *Définition.*

Fruit (gousse) incomplètement mûr et desséché du vanillier (Vanilla planifolia, Andrews).

346. — *Appréciation.*

La teneur en vanilline doit s'élever, au minimum, à 2 p. c.
Eau : 20 à 28 p. c.
Cendres : 5 p. c. au maximum.

Falsifications : on badigeonne la vanille épuisée avec du baume de Pérou et on la saupoudre ensuite d'acide benzoïque en petits cristaux.

GIROFLE.

347. — *Définition.*

Bouton floral mûr, desséché et renfermant encore toute son huile essentielle, du giroflier (Caryophyllus aromaticus L.).

348. — *Appréciation.*

La présence d'une proportion de 5 p. c. de pédoncules dans la poudre de clous de girofle est tolérée.

Les cendres ne peuvent pas dépasser une teneur de 7 p. c., et la partie de celles-ci insoluble à chaud dans l'acide chlorhydrique à 10 p. c. de HCl ne peut pas être supérieure à 1 p. c.

Huile essentielle : 10 p. c. au minimum. La quantité d'essence varie, en général, entre 12 et 16 p. c.

Les clous de girofle doivent être intacts, de couleur brun foncé, composés du calice et de la corolle, cette dernière formant sur les étamines et le pistil une petite calotte. Sous la pression de l'ongle, on doit pouvoir faire suinter un peu d'huile essentielle.

La poudre de clous de girofle est falsifiée avec la poudre de

clous de girofle épuisés, la poudre de pédoncules de fleurs, ou encore avec du piment pulvérisé. On emploie aussi dans le même but la farine grillée, la poudre de bois brun et des substances d'origine minérale.

349. — *Examen microscopique.*

Les clous de girofle ne renferment pas d'amidon et, à part quelques fibres libériennes, pas de cellules pierreuses.

Les pédoncules de girofle et le piment sont donc immédiatement reconnaissables à leurs cellules pierreuses. L'addition de ces deux dernières substances, ainsi que celle de mères ou anthofles de girofle, peut être encore décelée grâce aux grains d'amidon caractéristiques qui s'y trouvent.

350. — *Analyse chimique.*

Parfois on devra faire un dosage de l'*huile essentielle.*

On mélange 10 à 20 gr. avec une solution composée de parties égales d'eau et de salicylate de soude. On introduit le mélange dans une cornue tubulée de 200 cc. dont le tube est recourbé, en son milieu, presque à angle droit. On distille dans un courant de vapeur d'eau jusqu'à ce qu'il ne passe plus d'huile. On sature le liquide distillé avec du chlorure de sodium et on l'agite avec de l'éther. La solution éthérée de l'huile essentielle est mise en contact pendant 4 jours avec 20 gr. de chlorure de calcium fondu, puis on décante la solution éthérée et on en sépare l'essence par distillation à 30°.

SAFRAN.

351. — *Définition.*

Stigmates desséchés du Crocus sativus L.

352. — *Appréciation.*

On tolère la présence d'une petite quantité de styles de safran.

Teneur en cendres : 8 p. c. au plus ; partie des cendres insoluble à chaud dans l'acide chlorhydrique à 10 p. c. de HCl : 0,5 au maximum.

La quantité d'eau ne peut pas dépasser 16 p. c.

Pour recolorer le safran épuisé, on emploie les fleurs de carthame, le bois de santal, le bois de campêche et surtout les matières colorantes dérivées du goudron.

Parmi les substances employées à alourdir le safran, on peut citer les matières minérales solubles ou insolubles, que l'on fixe sur le safran en humectant ce dernier avec du miel, du sirop, de la glycérine ou une huile grasse.

Les fleurs de souci ou de carthame, le bois de santal, les stigmates de maïs, les fibres musculaires, etc., servent, après qu'on leur a donné la coloration voulue, à falsifier et à imiter le safran.

353. — *Examen microscopique.*

On examine le safran en poudre sous une couche d'huile de vaseline ou d'huile d'olive. Le safran pur a une coloration orange foncé bien égale. Le safran épuisé, ainsi que celui qui contient des parties de styles, présente de nombreux fragments jaune clair.

On fait un autre essai en laissant couler, sur le bord du couvre-objet, un peu d'acide sulfurique concentré ; on observe alors, à un faible grossissement, le liquide acide en mouvement : si le safran est pur, il se forme de petits courants colorés en bleu foncé et passant au bout d'un instant au violet. La plupart des matières colorantes dérivées de l'aniline, ainsi que les fleurs de carthame, peuvent être reconnues de la sorte.

Une troisième prise d'essai est traitée par une solution de chloral hydraté, afin de la rendre plus transparente, puis débarrassée de sa matière colorante par un lavage abondant à l'eau et enfin examinée à un fort grossissement. Les fleurs de souci et de carthame se reconnaissent à leurs grains de pollen. De plus, la fleur de souci se distingue par les poils multicellulaires de ses pétales; la fleur de carthame, par ses canaux résinifères.

354. — *Analyse chimique.*

La valeur marchande du produit examiné peut être déterminée en comparant 50 cc. d'un macéré aqueux de safran à 1 : 1,000, avec une couche d'égale épaisseur d'une solution de bichromate de potasse.

CANNELLE.

355. — *Définition.*

Écorce desséchée, plus ou moins débarrassée de sa couche épidermique et renfermant encore toute son essence, des diverses espèces de cannelliers (principalement du Cinnamonum Ceylanicum Breyne et du C. cassia Blume).

356. — *Appréciation.*

Les cendres doivent être d'un blanc grisâtre et ne pas dépasser une proportion de 7 p. c., dont la partie insoluble à chaud dans l'acide chlorhydrique à 10 p. c. de HCl s'élèvera au plus à 2 p. c. du poids de la substance.

La cannelle de bonne qualité ne renferme pas plus de 5 p. c. de cendres.

Extrait alcoolique : minimum, 18 p. c.
Huile essentielle : 1 p. c. au moins.

Les principales substances dont on se sert pour falsifier la cannelle sont les poudres d'écorces étrangères et la cannelle épuisée.

357. — *Examen microscopique.*

Les débris de cannelle renferment de nombreux morceaux d'écorce auxquels adhère encore l'épiderme fendillé et garni de poils courts. Les copeaux des déchets de cannelle de Ceylan sont encore pourvus à leur partie intérieure des éléments du bois. On doit donc tenir compte de la présence de ces éléments.

Lorsque la cannelle a été débarrassée de son essence par distillation à la vapeur d'eau, les grains d'amidon sont déformés ou désagrégés. Parfois l'huile essentielle est extraite par l'alcool.

358. — *Analyse chimique.*

Pour déterminer l'*extrait alcoolique*, on épuise la substance par de l'alcool à 90 p. c. en volume ; on pèse l'écorce épuisée, puis desséchée dans l'étuve à eau.

Pour le dosage de l'*essence*, voir Girofle (n° 350).

GINGEMBRE.

359. — Le gingembre est le rhizome desséché, tantôt pourvu, tantôt débarrassé de son écorce, d'une herbe vivace, le *Zingiber officinale Roscœ.*

Le gingembre décortiqué et, en particulier, les produits avariés sont souvent frottés avec du plâtre ou de la craie.

La teneur en cendres ne peut pas être supérieure à 8 p. c.; la partie des cendres insoluble à chaud dans l'acide chlorhydrique à 10 p. c. de HCl, doit former au plus 3 p. c. de la substance.

Pour falsifier le gingembre, on se sert surtout de fécule, de farines de céréales, de grignons d'olives.

VIN.

360. — *Définition.*

Boisson obtenue par la fermentation alcoolique du jus de raisin frais, sans aucune addition.

361. — *Appréciation.*

Les vins rouges dont la teneur en *extrait* (déduction faite du sucre) est inférieure à 15 gr. par litre, les vins blancs chez lesquels cette teneur reste en dessous de 14 gr., ainsi que ceux dont l'extrait, diminué du sucre et des acides fixes, est inférieur à 10 gr., doivent être considérés comme falsifiés, tant qu'il n'est pas établi que des vins naturels de la même région et de la même année de récolte renferment aussi peu d'extrait.

Les *matières minérales* d'un vin forment ordinairement à peu près 10 p. c. de l'extrait dont on a déduit le sucre. Les vins qui renferment moins de 1,4 gr. de cendres doivent être considérés comme falsifiés, à moins qu'il ne soit reconnu que des vins naturels de la même région et de la même année de récolte contiennent aussi peu de matières minérales.

Le nombre obtenu en faisant la *somme de la teneur alcoolique* centésimale en volume *et de l'acidité* exprimée en

grammes d'acide sulfurique par litre, n'est généralement pas inférieur à 13 pour les vins rouges bien traités et à 12 pour les vins blancs. Une somme alcool-acide plus faible permet de conclure à une addition d'eau, ou, suivant le cas, à la pétiotisation ou à la gallisation (chaptalisation) du vin.

Le *rapport* entre la quantité de *glycérine* et celle de l'*alcool* varie, en général, pour les vins secs, entre 7 et 14 parties de glycérine pour 100 parties en poids d'alcool.

Doivent être considérés comme falsifiés par excès de plâtrage, les vins renfermant une quantité de sulfate correspondant à plus de 0,92 gr. d'*anhydride sulfurique,* soit 2 gr. de sulfate neutre de potasse par litre.

La teneur en *acide sulfureux total* (acide sulfureux libre ou combiné) ne doit pas dépasser 200 mgr. par litre, et celle en en acide sulfureux *libre* 20 mgr. par litre.

Les vins qui contiennent plus de 2 gr. d'*acides volatils* par litre et qui présentent en même temps une odeur et une saveur parfaitement perceptibles de vin piqué, doivent être considérés comme vins altérés. Ceux qui ont un goût de piqué, alors même qu'ils renferment moins de 2 gr. d'acide acétique par litre, doivent être désignés comme ayant une tendance à se piquer. Les vins ayant plus de 2 gr. d'acidité volatile par litre, sans cependant présenter le goût et l'odeur de vin altéré par la fermentation acétique, doivent être considérés comme une marchandise anormale.

Les vins colorés ou décolorés artificiellement doivent être considérés comme falsifiés.

A l'exception de l'acide sulfureux, aucune *substance conservatrice* (acide salicylique, acide borique, etc.) ne peut être ajoutée au vin.

De même, l'emploi de *succédanés des sucres* (saccharine, dulcine et produits analogues) ne doit pas être toléré.

Les vins vendus comme boisson ne peuvent avoir subi la fermentation acétique ou lactique, ni être atteints de la maladie de la graisse, de l'amertume, de la tourne, de la pousse, du brunissement, du noircissement, ni enfin présenter d'autres *altérations*.

362. — *Détermination du poids spécifique.*

A 15°, à l'aide d'un picnomètre ou d'un aréomètre.

363. — *Dosage de l'alcool.*

a) On prend 100 cc. de vin à 15°, que l'on distille jusqu'à ce que le vin soit réduit au tiers de son volume. On porte à 100 cc., à 15°, au moyen d'eau distillée, le volume du liquide distillé; on en détermine ensuite, à l'aide du picnomètre, le poids spécifique à 15°, dont on déduit la teneur en alcool en faisant usage d'une table spéciale.

b) Pour déterminer approximativement la richesse alcoolique du vin, on se servira avantageusement de l'ébulliomètre de Salleron.

364. — *Dosage de l'extrait.*

a) *Dosage indirect.* — On obtient la teneur E en extrait au moyen de la formule :

$$E = (S - S^1) \times 2400$$

dans laquelle S représente le poids spécifique du vin et S^1 la densité du liquide distillé ayant servi au dosage de l'alcool.

On peut aussi prendre la densité X du liquide obtenu en étendant à 100 cc. avec de l'eau distillée le résidu du vin restant après la distillation de l'alcool. Des tables spéciales donnent la correspondance en extrait.

b) *Dosage direct.* — On évapore 50 cc. de vin, mesurés à 15°, dans une capsule dite normale, sur un bain-marie bouillant (sur un cercle de 6 centimètres de diamètre intérieur), jusqu'à ce que le résidu ne puisse plus couler. On place alors ce résidu pendant 2 1/2 heures dans l'étuve à eau, puis on le pèse après l'avoir laissé refroidir dans un exsiccateur.

L'extrait qui reste dans la capsule ne doit pas peser plus de

1,5 gr. ; aussi, lorsqu'il s'agira d'examiner des vins riches en extrait, devra-t-on réduire, dans une proportion déterminée par les résultats obtenus par voie indirecte, le volume de vin à évaporer.

Les rapports d'analyse ne doivent mentionner que les résultats obtenus par voie directe.

365. — *Dosage des matières minérales.*

On carbonise d'abord l'extrait, puis on le calcine dans le four à moufle ; si c'est nécessaire, on traite le résidu charbonneux avec de l'eau.

366. — *Dosage de l'acidité totale.*

On titre le vin avec la solution N/10 de soude ou de potasse en se servant de papier de tournesol comme indicateur. On calcule le résultat en acide tartrique.

367. — *Essai préliminaire de l'acidité volatile.*

On ajoute 2 gouttes de solution de phénolphtaléine à 20 cc. du liquide distillé ayant servi pour le dosage de l'alcool et l'on titre l'acidité du mélange avec la soude N/10.

Si la neutralisation du liquide exige plus de 3 cc. de la solution alcaline, on procède au dosage des acides volatils (voir ci-après, n° 374).

368. — *Essai préliminaire des sulfates.*

On titre 20 cc. de vin avec une solution de chlorure de baryum renfermant 5,609 gr. de chlorure de baryum cristallisé et 10 cc. d'acide chlorhydrique concentré par litre. 10 cc. de cette solution précipitent une quantité de sulfate correspondant à 2 gr. de K_2SO_4 par litre.

369. — *Recherche des colorants étrangers.*

Recherche préliminaire des *colorants dérivés de la houille.* — *a)* Plonger, pendant 4 heures, dans 20 cc. de vin, une bande longue de 5 centimètres et large de 1 centimètre de membrane de vessie, bien dégraissée. La présence de couleurs dérivées de la houille se traduit par une coloration rouge vif de la membrane, tandis que la matière colorante naturelle du vin ne la colore que faiblement en rouge violacé.

b) Agiter avec de la nitrobenzine: le vin ne peut pas abandonner de matière colorante à ce dissolvant.

Recherche préliminaire spéciale des couleurs de la *rosaniline* (fuchsine, etc.).

a) On mélange 20 cc. de vin avec 10 cc. d'acétate de plomb et l'on filtre. Le liquide filtré est agité avec un peu d'alcool amylique. La présence des colorants de la rosaniline se révèle par la coloration en rouge de l'alcool amylique.

b) On traite par l'éther le vin alcalinisé par l'ammoniaque. On sépare l'éther et on le laisse évaporer dans une capsule de porcelaine avec un peu d'acide acétique. Le résidu est coloré en rouge par les couleurs de rosaniline.

Recherche préliminaire spéciale des *fuchsines sulfoconjuguées* et des *couleurs azoïques.*

a) On agite un mélange composé de 10 cc. de vin et 10 cc. d'une solution saturée à froid de bichlorure de mercure; on ajoute 1 cc. de lessive de potasse (p. spéc. 1,27), on agite à nouveau et on filtre à travers un filtre sec. Le liquide filtré est traité par l'acide acétique : la formation d'une coloration rouge indique la présence d'un des colorants ci-dessus.

b) On fait bouillir un peu de laine blanche dans le vin additionné d'une petite quantité de bisulfate de potasse. Si le vin renferme les colorants en question, la laine se teindra en rouge et conservera cette couleur même après avoir été bouillie dans l'eau.

Pour des recherches plus détaillées, voir *Windisch, Die Chemische Untersuchung des Weines,* 1896, page 155.

Recherche de la coloration avec des *baies de phytolacca.* — D'après le procédé de Hilger et Mai.

370. — *Dosage du sucre interverti.*

On doit au préalable, si c'est nécessaire, diluer le vin de telle sorte qu'il ne renferme pas plus de 1 p. c. de sucre interverti.

On prend 50 cc. de vin ou de sa dilution, que l'on neutralise par la soude caustique; on réduit par évaporation le liquide au tiers du volume primitif et l'on porte le volume à 50 cc. avec de l'eau distillée. Le liquide est ensuite décoloré d'après le procédé indiqué pour les vins doux.

On dose le sucre dans cette solution par le procédé d'Allihn.

371. — *Dosage du sucre de canne.*

Voir Vins doux, n° 392.

372. — *Recherche du glucose.*

Voir *Windisch,* Untersuchung des Weines, pages 100 et 117.

373. — *Polarisation.*

Voir *Windisch,* pages 98 et 105.

374. — *Dosage des acides volatils.*

On distille 50 cc. de vin dans un courant de vapeur d'eau, en se servant de l'appareil de Landmann, jusqu'à ce que les dernières parties distillées ne présentent plus de réaction acide. On détermine l'acidité du liquide distillé et l'on calcule le résultat en acide acétique.

375. — *Dosage de l'acide sulfureux.*

Dans l'analyse des vins blancs, on doit toujours doser séparément l'acide sulfureux libre et l'acide sulfureux total, d'après la méthode de Ripper. On peut aussi employer ce procédé pour les vins rosés, mais il n'est pas applicable aux vins rouges ni aux vins doux. Dans ces derniers, on ne peut doser que l'acide sulfureux total, par distillation et gravimétrie.

Méthode de Ripper. — *a*) Acide sulfureux libre. — On introduit, dans un matras d'environ 100 cc. de capacité, à col suffisamment large, 50 cc. de vin, que l'on fait couler d'une pipette dont l'extrémité est maintenue très près du fond. On ajoute 5 cc. d'acide sulfurique dilué (25 p. c. en volume) et un peu de solution d'amidon. On introduit ensuite, à l'aide d'une burette graduée, en opérant aussi rapidement que possible et en agitant fréquemment, de la solution N/50 d'iode. On interrompt l'addition d'iode dès que la coloration bleue persiste pendant quelques instants. On obtient la teneur du vin en milligrammes d'acide sulfureux libre par litre, en multipliant par le facteur 12,8 le nombre de cc. de solution d'iode employés.

b) Acide sulfureux total. — On introduit, dans un ballon d'une contenance d'environ 200 cc., 25 cc. de lessive de potasse (contenant 56 gr. de potasse caustique par litre) et 50 cc. de vin. Pendant l'introduction de ce dernier, l'extrémité de la pipette doit constamment plonger dans la solution alcaline. On laisse agir la potasse sur le vin pendant quinze minutes, puis on ajoute 10 cc. d'acide sulfurique dilué (25 p. c. en volume) et un peu de solution d'amidon; après quoi l'on titre avec l'iode N/50, comme on vient de l'indiquer.

Méthode par distillation et gravimétrie. — On traite, dans un ballon de 400 cc., 100 cc. de vin avec 5 cc. d'acide phosphorique; on distille dans un courant d'acide carbonique, jusqu'à ce que la moitié du liquide ait passé, en ayant soin de recueillir le liquide distillé dans un tube de Péligot contenant 50 cc. d'une solution d'iode composée de 5 gr. d'iode et

7,5 gr. d'iodure de potassium dans 1 litre d'eau. La distillation terminée, on acidifie le liquide distillé avec de l'acide chlorhydrique, on chasse l'iode en excès par ébullition du liquide et on précipite par le chlorure de baryum. On recueille et on pèse le sulfate de baryum.

376. — *Dosage du tartre et de l'acide tartrique.*

On évapore un mélange de 50 cc. de vin et de sable quartzeux jusqu'à ce que le vin ait pris la consistance d'un sirop peu épais. On fait passer ce résidu dans un ballon, à l'aide d'alcool à 95 p. c.; on ajoute de l'alcool pour porter le volume à 100 cc. et on laisse reposer 4 heures. On filtre, on lave le résidu avec de l'alcool, jusqu'à ce que celui-ci ne présente plus de réaction acide. On épuise ensuite, avec de l'eau chaude, le résidu restant sur le filtre et l'on titre la solution obtenue avec une solution alcaline N/10. On calcule le résultat en bitartrate de potasse.

On élimine, par distillation, l'alcool des liquides filtrés; on ajoute au résidu 0,5 cc. d'une solution à 20 p. c. d'acétate de potasse acidifiée par l'acide acétique, du sable siliceux et 100 cc. d'alcool. On termine cette seconde série d'opérations comme la première. Le résultat est calculé en acide tartrique.

377. — *Dosage d'autres acides organiques (acides malique, succinique et citrique).*

Voir *Windisch*, Untersuchung des Weines, page 181.

378. — *Dosage de la glycérine.*

On évapore, jusqu'à ce que le volume soit réduit à environ 10 cc., 100 cc. de vin auxquels on a ajouté 1 gr. de sable siliceux. On ajoute au résidu autant de fois 2 cc. de lait de

chaux à 40 p. c. qu'il y a de grammes d'extrait dans le vin, et l'on évapore le tout presque complètement à sec.

On triture la matière sèche avec de l'alcool à 95 p. c., puis on épuise la masse par petites fractions et à chaud avec environ 95 cc. d'alcool. On recueille les portions de liquide ainsi obtenues dans un ballon jaugé de 100 cc. que l'on remplit ensuite avec de l'alcool jusqu'au trait de jauge.

On filtre le liquide, on prend 90 cc. du produit de cette filtration que l'on évapore presque à sec; on reprend le résidu avec de l'alcool absolu et on le lave jusqu'à ce que le volume du liquide de lavage atteigne 15 cc.; on y ajoute, à trois reprises, chaque fois 7,5 cc. d'éther en agitant après chaque addition.

Lorsque la solution est devenue claire, on la transvase dans un récipient taré en ayant soin de rincer le vase primitif avec 5 cc. d'éther alcoolisé et l'on fait évaporer le liquide sur un bain-marie, dont l'eau ne doit pas bouillir. On dessèche finalement le résidu pendant une heure dans l'étuve à eau et l'on pèse.

Les vins renfermant plus de 2 p. c. de sucre sont traités comme les vins doux.

379. — *Dosage du tannin.*

Ce dosage doit être effectué d'après le procédé Neubauer.

On peut déterminer approximativement la quantité de tannin par la méthode de Nessler et Barth.

380. — *Dosage de l'azote.*

On évapore 50 cc. de vin dans un ballon à fond rond et l'on dose l'azote dans le résidu, par la méthode de Kjeldahl.

381. — *Dosage des sulfates.*

On dose les sulfates par voie gravimétrique, à l'état de sulfate de baryum, en acidifiant le vin avec de l'acide chlorhydrique.

Lorsqu'il s'agit d'un vin rouge très foncé, on fait la détermination des sulfates dans les cendres.

382. — *Dosage des chlorures.*

On neutralise un volume connu de vin avec une solution de carbonate de soude; on évapore à sec, on carbonise le résidu et on épuise la masse charbonneuse par de l'eau chaude. On peut alors doser gravimétriquement le chlore dans le liquide filtré.

Le dosage peut aussi se faire par voie volumétrique. On ajoute à la solution des chlorures, acidifiée par l'acide nitrique, un excès de solution N/10 de nitrate d'argent. On détermine l'excès de la solution argentique à l'aide d'une solution N/10 de sulfocyanure de potassium ou d'ammonium. On se sert comme indicateur de la solution d'un sel ferrique, en employant la méthode d'essai par gouttes.

383. — *Dosage des phosphates.*

a) Par voie gravimétrique. — On dissout dans de l'acide nitrique les cendres provenant de 50 cc. de vin, on filtre la solution et on la traite avec 25 cc. de solution de molybdate d'ammoniaque (150 gr. de molybdate d'ammoniaque dissous dans une quantité d'ammoniaque à 1 p. c. suffisante pour faire 1 litre de solution) et 25 cc. d'acide nitrique (p. spéc. 1,2). On chauffe le mélange au bain-marie pendant une demi-heure et l'on recueille sur un filtre le précipité formé; on lave ce dernier avec une solution de nitrate d'ammoniaque à 10 p. c., puis on le redissout à chaud dans de l'ammoniaque et on lave le filtre avec de l'ammoniaque diluée (1 : 3 Vol.). On neutralise le liquide filtré par l'acide chlorhydrique jusqu'à ce que le précipité formé ne se redissolve que lentement. On précipite l'acide phosphorique par addition de 6 cc. de mixture magnésienne et d'un volume d'ammoniaque égal au tiers du volume

du liquide traité. Après avoir laissé reposer le tout pendant quatre heures, on rassemble le précipité sur un filtre, on le lave et, enfin, on le calcine au chalumeau.

On prépare la mixture magnésienne en dissolvant 68 gr. de chlorure de magnésium et 165 gr. de chlorure d'ammonium dans de l'eau, en ajoutant ensuite 260 cc. d'ammoniaque (p. spéc. 0,96) et en portant le volume à 1 litre avec de l'eau.

b) Par voie volumétrique. — On dissout les cendres provenant de 50 cc. de vin dans environ 3 cc. d'acide nitrique normal, on fait passer le tout dans un petit ballon à l'aide de 30 à 40 cc. d'eau, on ajoute 5 cc. d'une solution renfermant 10 p. c. d'acétate de soude et 3 p. c. d'acide acétique et l'on porte à l'ébullition. On titre ensuite ce liquide avec une solution de nitrate d'urane. On arrête la titration lorsque, dans l'essai par gouttes, il se produit une coloration brunâtre avec le ferrocyanure de potassium.

La solution d'urane doit être amenée au titre voulu (1 cc. = 0,005 gr. P_2O_5) à l'aide d'une solution de phosphate de soude.

384. — *Recherche des substances conservatrices.*

a) Acide salicylique. — On agite 50 cc. de vin, additionnés de 5 gouttes d'acide sulfurique dilué, avec 50 cc. d'un mélange à parties égales d'éther sulfurique et d'éther de pétrole. On sépare et on évapore la solution éthérée et, avant que les dernières traces d'éther aient disparu, on essaie le résidu avec une solution aqueuse de perchlorure de fer.

b) Acide borique. — On dissout les cendres dans de l'acide chlorhydrique dilué et l'on effectue l'essai comme il est décrit au chapitre Substances conservatrices.

c) Fluor. — Voir ci-après, au chapitre Bière.

385. — *Recherche de la gomme et de la dextrine.*

Voir *Windisch,* Untersuchung des Weines, page 144.

386. — *Recherche des succédanés des sucres.*

Saccharine. — On fait un essai préliminaire, lequel consiste à goûter le résidu de l'évaporation de l'extrait éthéré.

La recherche et le dosage sont effectués d'après le procédé de Späth.

387. — *Examen microscopique.*

Les vins troubles doivent être soumis à l'examen microscopique.

Pour les maladies des vins, voir le travail de *Kehlhofer* (*Schweizerische Wochenschrift*, 1895, p. 174).

VINS DOUX.

388. — *Définitions.*

On désigne sous le nom de vins doux, tous les vins qui renferment plus de 50 gr. de sucre par litre.

Les divers modes de préparation de ces vins permettent de les classer en trois catégories :

a) *Vins doux par concentration.* — Ces vins sont préparés soit avec le moût de raisins flétris sur le cep ou séchés au soleil, soit en concentrant le moût ordinaire par évaporation au feu.

b) *Vins doux alcoolisés.* — On obtient ces vins en empêchant la fermentation du moût par une addition d'alcool.

c) *Vins doux par addition de sucre.* — Ils sont fabriqués en ajoutant du sucre au vin ordinaire ou au moût. A ce groupe viennent s'ajouter les vins doux préparés avec des raisins secs (raisins de Corinthe).

En général, les vins doux désignés sous les lettres *a* et *c* sont encore additionnés d'une petite quantité d'alcool.

389. — *Appréciation.*

Le vin doit être limpide, ne pas contenir de levure et ne pas présenter à l'examen macroscopique ou microscopique des signes d'altération ou de maladie.

Un vin doux obtenu par concentration doit avoir, après déduction du sucre, au moins 25 gr. d'extrait par litre; les vins doux de Hongrie, 35 gr.

La teneur en acide phosphorique d'un vin doux concentré ne doit pas être inférieure à 0,3 gr. par litre; un vin doux de Hongrie ne doit pas en renfermer moins de 0,55 gr.

Dans ces mêmes vins, le sucre restant doit renfermer une plus forte proportion de lévulose que de dextrose.

Les prescriptions relatives à la teneur des vins doux en sulfate de potasse, acide sulfureux, acidité volatile, substances conservatrices et édulcorantes, sont les mêmes que celles qui ont été indiquées pour les vins secs.

390. — *Dosage de l'extrait.*

On ne peut employer que la méthode indirecte.

On détermine le poids spécifique du vin débarrassé de son alcool, au moyen de la formule : $X = 1 + S - S_1$, dans laquelle S représente le poids spécifique du vin et S_1 celui du liquide distillé ayant servi au dosage de l'alcool. De la valeur de X, on déduit, au moyen d'une table, la quantité d'extrait.

On contrôle l'exactitude du poids spécifique X, en déterminant directement la densité du vin dont on a chassé l'alcool et que l'on a ensuite ramené au volume primitif avec de l'eau.

391. — *Dosage des matières minérales.*

On incinère 25 cc. de vin. Il faut avoir soin de traiter avec de l'eau le charbon obtenu.

392. — *Polarisation et dosage du sucre.*

a) On neutralise 50 cc. de vin, on évapore au bain-marie jusqu'à réduction au tiers du volume. On rétablit avec de l'eau le volume primitif, on traite par le sous-acétate de plomb, on élimine le plomb en excès par le carbonate de soude et l'on examine au polarimètre.

b) On évapore comme ci-dessus 50 cc. de vin, mais sans neutralisation préalable; on fait passer le liquide dans un petit ballon; on ajoute 2 cc. d'acide chlorhydrique à 10 p. c. de HCl et l'on chauffe le tout pendant 15 minutes à une température de 65° à 70°. On alcalinise alors faiblement le liquide à l'aide de soude caustique et l'on porte le volume à 50 cc. Après traitement à l'acétate de plomb et au carbonate de soude, la liqueur est observée au polarimètre.

c) Suivant les résultats de la détermination polarimétrique, on emploiera pour le dosage du sucre les solutions obtenues par les méthodes *a* et *b* ou seulement par la première de celles-ci (*a*). Ces solutions doivent être diluées de manière à renfermer au plus 1 p. c. de sucre. On dose le sucre d'après la méthode d'Allihn (Voir Sucre).

Le dosage du dextrose et du lévulose, lorsqu'ils se trouvent simultanément dans le vin, s'effectue d'après les méthodes de Kjeldahl ou de Soxhlet-Sachse, en suivant les indications de Barth.

393. — *Dosage de l'acide sulfureux.*

On peut, à titre d'essai préliminaire, pratiquer l'essai par distillation du vin additionné d'acide phosphorique et réception du distillat dans une solution neutre de nitrate d'argent.

On dose l'acide sulfureux comme il a été indiqué pour les vins rouges (n° 375).

394. — *Dosage du tartre.*

On opère sur le vin débarrassé de son sucre par fermentation.

395. — *Dosage de la glycérine.*

On fait subir au vin un traitement préalable. Ce traitement consiste à évaporer, au bain-marie, 50 cc. de ce vin additionné de 1 gr. de sable siliceux; on y ajoute de petites quantités de lait de chaux, jusqu'à ce que la teinte de la masse, devenue d'abord plus foncée, se soit changée en une teinte plus claire et que le mélange ait pris la consistance d'une bouillie semi-liquide ayant une réaction alcaline. De plus, le mélange doit avoir une odeur de lessive persistant malgré un chauffage prolongé et une agitation continuelle. On laisse refroidir et l'on ajoute peu à peu à la masse 100 cc. d'alcool à 96 p. c. en volume. On filtre la solution, on lave à l'alcool le résidu insoluble et l'on évapore les liquides alcooliques filtrés. On fait subir alors au résidu de l'évaporation, encore humide, le traitement déjà indiqué pour les vins ordinaires.

396. — *Dosage des sulfates.*

On opère sur les cendres du vin et non sur le vin lui-même.

397. — *Dosage de l'acide phosphorique.*

Les vins riches en sucre sont soumis à la fermentation par addition d'une petite quantité de levure. On calcine les cendres avec du salpêtre et du carbonate de soude.

Les autres opérations à effectuer sont les mêmes que celles indiquées pour le vin ordinaire.

VERMOUTH.

398. — Le vermouth est la boisson obtenue par la macération de certaines plantes aromatiques dans du vin. Les

vermouths sont parfois sucrés avec du sucre de canne. L'addition d'acide tartrique est tolérée.

L'analyse du vermouth doit être faite comme celle du vin, et, s'il y a lieu, comme celle des vins doux.

VINS MOUSSEUX.

399. — On comprend sous ce nom les vins contenant une forte proportion d'acide carbonique libre.

On fabrique ces vins soit en laissant fermenter, dans des bouteilles, le vin tiré sur lie et additionné de sucre (procédé français), soit en introduisant artificiellement de l'acide carbonique dans le vin. Dans l'un et l'autre cas, on ajoute au vin du sirop de sucre.

On doit exiger que la matière première d'un vin mousseux soit constituée par du *vin* et que le produit ne renferme pas de substances nuisibles à la santé. Sur ces derniers points, les exigences sont les mêmes que celles qui ont été indiquées pour le vin.

Les vins à analyser devront être préalablement débarrassés de leur acide carbonique par le procédé employé pour enlever l'acide carbonique de la bière. A part cette opération préliminaire, les méthodes d'analyse de ces produits sont les mêmes que celles du vin ou, lorsque le vin renferme plus de 5 p. c. de sucre, que celles appliquées à l'analyse des vins doux.

VINS DE FRUITS, CIDRES.

400. — *Définitions.*

Vins de fruits : boissons obtenues par la fermentation alcoolique du jus de fruits frais.

Cidres : produits provenant du jus de fruits à pépins (pommes, poires).

401. — *Appréciation.*

Pour qu'un cidre puisse être considéré comme véritable, il faut que le jus fermenté n'ait subi aucune addition (même d'eau ou de sucre).

La composition des cidres purs se maintient ordinairement entre les limites ci-dessous :

Alcool.	4 — 8	p. c. en volume.
Extrait (sans le sucre)	20 — 30	gr. par litre.
Cendres	2,5 — 3,5	gr. —
Acidité totale. . .	4 — 10	gr. —

Lorsque d'autres genres de cidres (petit cidre, cidre par diffusion) ont une teneur en alcool inférieure à 3 p. c. en volume et renferment moins de 15 gr. d'extrait par litre, ils ne doivent pas être considérés comme des cidres normaux.

Dans la fabrication des vins de fruits à noyaux et des vins de baies (vins de raisin de mars, de groseille, de myrtille, de framboise, etc.), le jus de ces fruits doit être additionné d'eau et de sucre. On devra donc tenir compte de ce fait dans l'appréciation de ces produits.

Les vins de fruits renfermant plus de 2 gr. d'acides volatils par litre et présentant en même temps le goût et l'odeur caractéristiques de l'acide acétique et de l'acide lactique, doivent être considérés comme *altérés*. Ceux qui sont malades et, en particulier, ceux qui subissent la maladie du noircissement, ne peuvent pas être mis dans le commerce.

402. — *Analyse.*

Les méthodes sont les mêmes que pour l'analyse du vin. Les vins de fruits renfermant encore plus de 5 p. c. de sucre sont traités comme les vins doux.

L'acidité totale doit être exprimée en acide malique, tandis que le résultat du dosage des acides volatils doit être calculé en acide acétique.

403. — VINS ET CIDRES NON FERMENTÉS.

On trouve dans le commerce, sous ces noms, des jus que l'on a pasteurisés avant qu'ils ne commencent à fermenter.

Ces boissons doivent présenter la composition normale du jus des fruits correspondant à leur dénomination. Il y a lieu, cependant, de tenir compte des changements de composition que peuvent avoir entraînés la pasteurisation et la filtration de ces produits. Ils doivent ne contenir que des traces d'alcool et être absolument exempts de sucre de canne, de produits destinés à diminuer l'acidité, de substances chimiques conservatrices ou de composés métalliques étrangers.

L'analyse de ces produits se fait selon les méthodes indiquées pour les vins doux. On doit spécialement examiner ces liquides au point de vue de la présence de composés métalliques vénéneux (plomb, cuivre, étain et zinc).

BIÈRE.

404. — *Définition.*

La bière est la boisson préparée avec de l'orge germée ou malt, du houblon, de la levure et de l'eau; ces substances sont soumises, d'une manière appropriée, au brassage et à la fermentation alcoolique.

405. — *Appréciation.*

1. *Succédanés de la bière.* — La boisson vendue sous la simple dénomination de « bière » doit ne renfermer que les substances mentionnées dans la définition ci-devant.

La bière dans la préparation de laquelle on a remplacé une

partie de l'orge par d'autres céréales, ne peut pas être vendue sans une désignation spéciale indiquant sa nature.

La bière ne peut pas renfermer de succédanés du malt ne contenant pas de substances azotées.

Le houblon ne peut pas être remplacé par un succédané.

2. *Goût, odeur et limpidité.* — On doit considérer comme non commerçables :

a) Les bières acides (aigres);

b) Les bières qui présentent un goût et une odeur désagréables;

c) Les bières troubles, quelle que soit la cause du trouble;

d) Les bières qui ne sont pas parfaitement limpides, dont l'aspect louche est dû à des cellules de levure en suspension et dont le degré de fermentation est inférieur à 48 p. c.;

e) Les bières qui présentent un louche dû à des bactéries et qui offrent des signes d'altération.

Les bières qui ne sont pas tout à fait limpides sont cependant encore propres à la consommation, lorsqu'elles possèdent un degré de fermentation égal ou supérieur à 48 p. c. et que le manque de limpidité est dû à la présence des corps suivants :

a) Corpuscules albuminoïdes (glutine);

b) Amidon ou dextrines (érythrodextrine et amylodextrine);

c) Matières résineuses du houblon;

d) Levure de bière.

3. *Extrait primitif.* — Ne peut pas être inférieur à 12 p. c.

4. *Degré de fermentation.* — Ne peut pas être inférieur à 46 p. c.

Cette disposition ne s'applique pas à certaines bières spéciales (Bock et Salvator).

5. *Rapport entre l'alcool et l'extrait.* — La bière doit contenir plus d'extrait que d'alcool.

6. *Matières minérales.* — L'ensemble ne peut pas dépasser 3 gr. par litre.

7. *Acidité.* — La teneur en acides libres, calculés en acide lactique, doit varier entre 0,9 et 2,7 par litre.

8. *Acide acétique.* — Teneur maximum admissible : 0,6 gr. par litre.

9. *Glycérine.* — Teneur maximum admissible : 4 gr. par litre.

10. *Acide phosphorique.* — Au moins 0,3 p. c. de l'extrait primitif.

11. *Azote.* — Au moins 0,3 p. c. de l'extrait primitif.

12. *Acide sulfureux.* — Teneur maximum admissible : 20 mgr. par litre.

13. *Matières colorantes.* — L'emploi des colorants autres que le malt torréfié ou ses extraits est interdit.

14. *Substances conservatrices.* — Leur emploi est interdit.

15. *Succédanés des sucres.* — Leur emploi est interdit.

406. — *Recherche de la tendance de la bière à subir une fermentation secondaire.*

Un échantillon est mis dans un flacon d'Erlenmeyer stérilisé, bouché avec un tampon d'ouate et maintenu à une température de 20° à 25°. La production d'un trouble et un dégagement d'acide carbonique dans un intervalle de 24 heures indiquent l'existence d'une fermentation secondaire.

407. — *Opérations préliminaires : élimination de l'acide carbonique, filtration.*

Les déterminations qui vont suivre doivent, à l'exception du dosage de l'acide carbonique, être faites sur la bière débarrassée de son acide carbonique. Pour chasser ce dernier, il suffit d'agiter vigoureusement la bière, chauffée à 25°, dans un ballon à moitié rempli. L'air qui se trouve dans le ballon au-dessus de la bière se charge d'acide carbonique et doit être remplacé par de l'air pur, qu'on insuffle doucement dans le ballon.

Si la bière est trouble, on la filtre dans un entonnoir couvert, mais seulement après que l'acide carbonique a été chassé.

408. — *Détermination du poids spécifique.*

Comme pour le vin (n° 358).

409. — *Dosage de l'alcool.*

On introduit 100 cc. de bière, débarrassée de son acide carbonique, dans un grand ballon à distiller, muni d'une rallonge à boule. On distille jusqu'à ce que les trois quarts du liquide aient passé. Le reste de l'opération a lieu de la même manière que pour l'alcool du vin.

On peut contrôler ce dosage direct en employant le procédé indirect, dans lequel on applique la formule :

$$S_1 = 1 + S - X,$$

où S = poids spécifique de la bière;
S_1 = » » du liquide alcoolique distillé;
X = » » de la bière débarrassée de son alcool.

410. — *Dosage de l'extrait.*

Ce dosage ne peut être effectué que par voie indirecte.

On évapore lentement, dans une capsule plate de porcelaine, jusqu'à réduction au quart du volume primitif, 100 cc. de bière débarrassée de son acide carbonique. On ramène, avec de l'eau distillée, le liquide à son ancien volume. On détermine au picnomètre, à 15°, la densité de la solution de l'extrait et l'on obtient la quantité de ce dernier à l'aide d'une table. On contrôle le résultat en appliquant la formule :

$$X = 1 + S - S^1.$$

411. — *Dosage des matières minérales.*

On évapore 20 cc. de bière dans une capsule de grandes dimensions, on carbonise le résidu sur une petite flamme, puis

on le calcine en élevant très lentement la température, dans un four à moufle.

412. — *Dosage des acides libres.*

On maintient, pendant quelques minutes, 50 cc. de bière à la température de 40°, dans le but de chasser tout l'acide carbonique. On titre l'acidité du liquide avec une solution N/10 de soude ou de baryte. On reconnaît la fin de la réaction en touchant du papier de tournesol neutre avec une goutte de liquide. On exprime l'acidité en grammes d'acide lactique par litre.

413. — *Recherche de l'acide salicylique.*

On agite ensemble 100 cc. de bière, légèrement acidifiée par l'acide sulfurique, et 100 cc. d'éther ou d'un mélange d'éther sulfurique et d'éther de pétrole. L'émulsion qui se forme peut être détruite par l'addition d'alcool. On évapore la solution éthérée à la température ordinaire ou sous l'action d'une très douce chaleur. L'addition d'une goutte d'une solution très diluée de perchlorure de fer permet de déceler la présence de l'acide salicylique. Il est préférable d'ajouter le perchlorure de fer avant que les dernières gouttes d'éther aient disparu.

Dans les bières de couleur foncée, la réaction avec le perchlorure de fer peut provenir du maltol qui se trouve dans le malt colorant; dans ce cas, il y a lieu, pour plus de sûreté, de faire un essai avec le réactif de Millon.

414. — *Calcul de l'extrait primitif.*

On ajoute au poids de l'extrait de 100 cc. de bière fermentée le double du poids de l'alcool contenu dans ce même volume de bière.

415. — *Calcul du degré de fermentation.*

D'après la formule suivante :

$$\text{Degré de fermentation} = 100 \times \frac{St - E}{St},$$

dans laquelle St = l'extrait primitif, en gr. par 100 cc.,
E = l'extrait de la bière fermentée, en gr. par 100 cc.

416. — *Examen microscopique des bières troubles.*

Le trouble peut être dû à la présence d'une ou plusieurs des impuretés suivantes :

a) *Levure normale (levure cultivée);*

b) *Levures « sauvages ».*

Les levures cultivées se présentent, le plus souvent, sous forme de cellules arrondies ou ovalaires, tandis que les espèces « sauvages » sont constituées par des cellules ovales plus allongées, pouvant prendre la forme de saucisses;

c) *Bactéries :*

Sarcines (microcoques se réunissant de préférence en groupes de quatre, ou aussi en formant des cubes ou des amas) ;

Saccharobacillus pastorianus (bactéries filiformes) ;

Plusieurs espèces de bacilles courts.

La bière troublée par la présence de bactéries ou de levures sauvages présente parfois une odeur et une saveur anormales, et souvent aussi une forte augmentation de l'acidité; certaines espèces de bactéries peuvent encore rendre la bière filante;

d) Amidon (empois), dextrines (amylodextrine, érythrodextrine) : Une solution d'iode provoque une coloration bleue, violette ou brun rougeâtre foncé.

On peut augmenter la sensibilité de la réaction en concentrant l'amidon et les dextrines par précipitation au moyen d'alcool ;

e) Glutine : La limpidité du liquide reparaît, en général, sous l'action d'une faible chaleur. Les réactions usuelles permettent de constater si ce dépôt est constitué par de l'albumine;

f) Substances résineuses du houblon : Granulations ou petites masses s'émiettant facilement, de couleur variant du jaune au brun foncé, se colorant en rouge avec l'orseille et disparaissant si l'on ajoute à la préparation de la potasse caustique à 10 p. c.

417. — *Dosage de l'acide carbonique.*

Afin d'éviter des pertes d'acide carbonique, on refroidit la bière à 0° avant d'ouvrir la bouteille. On prend ensuite un ballon à distiller de 2 litres, dont on retire le quart du volume d'air qu'il contient, de manière à faire un certain vide qui permette l'introduction par aspiration lente d'environ 400 cc. de bière. On ferme alors l'orifice d'arrivée de la bière et l'on détermine le poids du liquide aspiré. On adapte au ballon un réfrigérant ascendant, à l'extrémité supérieure duquel on fixe un tube en U rempli de chlorure de calcium, puis un tube à boules dans lequel se trouve de l'acide sulfurique, et enfin un appareil à potasse de Geissler. On chauffe lentement la bière jusqu'à ce qu'elle atteigne la température d'ébullition. On termine en faisant passer dans l'appareil, durant une heure, un courant d'air préalablement débarrassé de son acide carbonique. L'augmentation de poids de l'appareil de Geissler donne le poids d'acide carbonique contenu dans la bière.

418. — *Dosage de l'acide acétique.*

On fait un essai préliminaire comme pour le vin (n° 367). S'il faut plus de 0,8 cc. de solution alcaline N/10 pour neutraliser 20 cc. de l'alcool distillé, on détermine l'acidité volatile d'après la méthode employée pour les vins (n° 374).

419. — *Dosage du maltose.*

On dilue la bière de façon que le liquide ne contienne pas plus de 1 p. c. de maltose. Pour le reste de l'opération, voir Sucre.

420. — *Dosage de la dextrine.*

On traite 50 cc. de bière avec 15 cc. d'acide chlorhydrique (p. spéc. 1,125), on étend ensuite avec de l'eau à un volume de 200 cc. et l'on chauffe le tout, pendant deux heures, au bain-marie, dans un ballon avec réfrigérant. La solution est refroidie, neutralisée avec de la soude caustique et étendue à 250 ou à 300 cc.; on y dose le dextrose d'après la méthode d'Allihn. De la quantité de dextrose trouvée et rapportée à 100 cc. de bière, on retranche le dextrose provenant du maltose. En multipliant le reste par 9, on obtient en gr. la dextrine contenue dans 1 litre de bière.

421. — *Dosage de la glycérine.*

On évapore, jusqu'à consistance sirupeuse, 50 cc. de bière additionnée de 3 gr. de chaux pure; on mélange le résidu avec 10 gr. de marbre grossièrement pulvérisé ou de sable, et l'on évapore presque à siccité.

On reprend le résidu avec un peu d'alcool absolu et l'on continue à le chauffer à plusieurs reprises à l'ébullition avec des quantités mesurées d'alcool à 96 p. c., de sorte que le total de l'alcool employé ne dépasse pas 100 à 150 cc. Le liquide alcoolique est filtré et évaporé; le résidu est redissous dans 10 cc. d'alcool absolu.

On ajoute trois fois de suite 5 cc. d'éther à cette solution, en agitant chaque fois convenablement, et on laisse reposer. On décante la solution éthéro-alcoolique qui surnage et l'on traite à nouveau le résidu, d'abord avec 5 cc. d'alcool, puis à deux reprises avec 7,5 cc. d'éther.

On évapore, dans un flacon à peser, la solution éthéro-alcoolique, et lorsque le résidu d'évaporation est devenu sirupeux, on le dessèche pendant une heure dans l'étuve à eau et l'on pèse.

Si c'est nécessaire, on examinera la glycérine au point de vue des matières minérales et du sucre qui peuvent s'y trouver.

422. — *Dosage de l'azote.*

On évapore, dans un ballon de Kjeldahl, 50 cc. de bière, jusqu'à ce que le liquide soit réduit à 1/10 de son volume. On peut aussi évaporer à siccité et dessécher complètement le résidu en faisant passer un courant d'air dans le ballon chauffé au bain-marie.

On dose l'azote contenu dans le résidu, par la méthode de Kjeldahl.

423. — *Dosage de l'acide phosphorique.*

Voir *König*, Untersuchung landw. Stoffe, p. 554.

424. — *Recherche des substances amères.*

Par la méthode de Dragendorff.

425. — *Recherche des matières colorantes.*

Pour colorer la bière, on n'emploie guère, en dehors des matières colorantes dont l'emploi est autorisé (malt colorant ou des extraits de ce dernier), que le sucre brûlé. Il n'y a pas de procédé chimique qui permette de reconnaître, avec quelque certitude, la présence de ce dernier colorant.

(*A suivre.*)

BIÈRE (*suite*)

426. — *Recherche des composés du fluor.*

On fait bouillir 100 cc. de bière, faiblement alcalinisée au moyen de carbonate d'ammoniaque, et l'on précipite le fluor par addition de 2 à 3 cc. d'une solution de chlorure de calcium à 10 p. c.

Après une ébullition de 5 minutes, on verse sur un filtre. Le précipité est lavé très légèrement, desséché, séparé du filtre, calciné, introduit dans un creuset de platine d'une contenance de 20 à 25 cc. et additionné de 1 cc. d'acide sulfurique concentré.

On recouvre le creuset avec un verre de montre garni d'un enduit sur lequel on a tracé quelques traits mettant le verre à nu. On chauffe le creuset de manière que son contenu reste pendant une heure près de son point d'ébullition, tout en maintenant à une température suffisamment basse la substance qui préserve le verre de montre, au moyen de petits morceaux de glace.

S'il y a du fluor, on constatera, après avoir enlevé l'enduit, que le verre est très nettement attaqué, même lorsqu'il n'y a qu'une proportion de 1 mgr. de fluorure d'ammonium pour 100 cc. de liquide.

427. — *Dosage de l'acide sulfureux.*

On distille, dans un courant d'acide carbonique, 200 cc. de bière additionnée d'acide phosphorique. On reçoit le produit de la distillation dans une solution d'iode. Le reste de l'opération a lieu comme pour le vin (n° 375).

428. — *Recherche de l'acide borique.*

On effectue cette recherche comme pour le lait (n° 255). Le houblon renferme naturellement des traces de bore.

429. — *Recherche de la saccharine.*

On peut employer pour cet essai une partie de la solution éthérée obtenue en faisant la recherche de l'acide salicylique.

Il suffit de constater la saveur du résidu restant après l'évaporation de l'éther.

Dans certains cas, il faudra épuiser par l'éther une plus grande quantité de bière et procéder, pour le reste de l'opération, selon la méthode de König.

SUPPLÉMENTS.

RELATIFS AUX VINS ET A LA BIÈRE

Une commission de révision du Manuel suisse des denrées alimentaires, nommée par la Société des chimistes analystes suisses, vient de publier en langue allemande une seconde édition, revue, de la partie dudit manuel relative aux boissons alcooliques (1).

La sous-commission qui a exécuté ce travail de révision comprend :

Pour le *vin*, le Dr A. Bertschinger, ancien chimiste de la ville de Zurich et E. Chuard, professeur à l'Université de Lausanne;

Pour la *bière*, le Dr G. Ambühl, chimiste du canton de Saint-Gall, et L. Fries, chef de la station scientifique suisse pour la brasserie, à Zurich;

Pour les *spiritueux*, le professeur Dr Schaffer, chimiste du canton de Berne, et H. Enz, chimiste de la régie du monopole de l'alcool à Berne;

Pour le *vinaigre*, le Dr A. Bertschinger, à Zurich, et le Dr E. Schumacher-Kopp, chimiste du canton de Lucerne.

Avec le concours de M. Chuard, nous avons relevé dans cette seconde édition, en ce qui concerne le vin et la bière, les modifications et additions suivantes au texte de la première édition.

(1) Schweizerisches Lebensmittelbuch; erster Abschnitt: Die alkoholischen Getränke; Bern, 1904, Neukomm et Zimmermann.

VIN

360bis. — *Définition.*

Est tolérée l'addition des substances nécessaires au traitement rationnel des vins en cave.

361bis. — *Appréciation.*

Minimum de teneur en *extrait* pour les vins rouges : 17 gr. par litre (au lieu de 15). Il n'est plus question de minimum de teneur en extrait réduit.

Maximum de teneur en *matières minérales* pour les vins rouges : 1.6 gramme; pour les vins blancs, 1.3 gramme.

La somme *alcool* + *acide* ne doit être déterminée que pour les vins sains.

Tous vins ayant une odeur et un goût de piqué, alors même qu'ils contiendraient moins de 2 grammes d'acide acétique par litre, doivent être déclarés gâtés.

368bis. — *Essai préliminaire des sulfates.*

On titre 10 cc. de vin avec une solution qui contient par litre 14 grammes de chlorure barytique cristallisé et 50 cc. d'acide chlorhydrique concentré. Chaque cc. de cette solution annonce 1 gramme de sulfate potassique par litre de vin.

369bis. — *Recherche des colorants étrangers.*

Recherche générale des colorants *dérivés de la houille.* — Dix cc. de vin sont dilués jusqu'à 50 cc., additionnés de 1 cc. de solution à 10 p. c. de bisulfate potassique et mis à bouillir pendant 5 minutes au contact d'un morceau de tissu de laine blanche. La matière colorante du vin ne teint presque

pas la laine, tandis que les couleurs du goudron lui communiquent une coloration intense, ne disparaissant pas par le lavage à l'eau bouillante.

375bis. — *Dosage de l'acide sulfureux.*

La méthode de Ripper peut servir au dosage non seulement des vins blancs, mais aussi des vins rouges, après dilution au besoin.

381bis. — *Dosage des sulfates.*

Lorsqu'on a affaire à un vin riche en sucre, il faut opérer sur les cendres.

382bis. — *Dosage des chlorures.*

Dans la méthode volumétrique, on peut employer le chromate potassique comme indicateur.

Recherche des nitrates.

Dans une capsule en porcelaine on met quelques gouttes d'une solution de diphénylamine (0.5 gr.) dans l'acide sulfurique (100 cc. d'acide concentré et 20 cc. d'eau); on y verse quelques gouttes de vin : une coloration bleue révèle la présence de nitrates.

Le vin rouge doit, au préalable, être décoloré avec du charbon animal exempt d'acide azotique.

384bis. — *Recherche des agents de conservation.*

Acide salicylique. — Si l'on obtient une coloration violette par la réaction du chlorure ferrique sur l'extrait éthéré, on peut préparer un autre extrait de 50 cc. de vin, le laisser

s'évaporer de façon à obtenir l'acide salicylique à l'état cristallin et en vérifier le point de fusion, qui est de 156 à 157 degrés.

Les vins riches en tanin sont, au préalable, soumis à la distillation fractionnée.

VINS DOUX.

389bis. — *Appréciation.*

Teneur minimum en acide phosphorique pour les vins doux concentrés, 0.2 gr. par litre (au lieu de 0.3); pour le vin de Hongrie, 0.5 (au lieu de 0.55).

Teneur minimum en acides non volatils, pour les vins doux concentrés : 2.5 gr. par litre.

BIÈRES.

405bis. — *Appréciation.*

6. *Matières minérales.* — Les bières dont l'extrait primitif est élevé (bock) peuvent avoir une teneur en cendres supérieure à 3 grammes par litre et en rapport avec la proportion d'extrait.

10. *Acide phosphorique.* — Au moins 0.4 p. c. de l'extrait primitif (au lieu de 0.3).

11. *Azote.* — Même modification.

12. *Acide sulfureux.* — Le maximum de 20 milligrammes par litre s'entend de l'acide sulfureux total et pour la bière se trouvant dans le commerce.

16. *Agents de neutralisation.* — L'emploi en est interdit.

409bis et 410bis. — *Dosage de l'alcool et de l'extrait.*

Un procédé plus rapide et aussi exact est le procédé réfractométrique d'après Ackermann.

415bis. — *Calcul du degré de fermentation.*

Formule plus simple :

Degré de fermentation = 200A/St

où A = teneur en alcool de la bière
et St = extrait primitif.

SPIRITUEUX.

EAUX-DE-VIE, LIQUEURS ET ALCOOLS (1).

430. — *Définitions.*

Eaux-de-vie. — Les eaux-de-vie sont des liquides obtenus par la distillation du produit de la fermentation alcoolique des sucs de fruits ou de plantes. Elles sont formées en majeure partie d'eau et d'alcool éthylique et renferment, en outre, de petites quantités d'alcools supérieurs, ainsi que des substances aromatiques (éthers, huiles essentielles, terpènes, etc.) dont la nature varie suivant les matières premières soumises à la fermentation et qui donnent au produit distillé son bouquet caractéristique.

Liqueurs. — Les liqueurs sont en général des mélanges artificiels d'eau, d'alcool et de sucre, avec diverses substances aromatiques (huiles essentielles, substances amères, extraits végétaux) et des matières colorantes.

On prépare les liqueurs soit par mélange à froid, soit par distillation d'alcool avec les substances aromatiques et addition de sucre et de colorant.

Quelques liqueurs, telles que l'absinthe, ne renferment pas de sucre.

Alcools bruts ou d'industrie (Rohspiritus). — On donne ce nom aux produits obtenus industriellement par distillation des matières sucrées ou amylacées, préalablement

(1) Ce chapitre a été revu par M. Chuard, d'après la seconde édition allemande.

soumises à la fermentation. Ces produits renferment de 75 à 96 p. c. en volume d'alcool éthylique. Ils sont généralement caractérisés par la présence de produits accessoires (fusel) d'odeur et de saveur désagréables, et ils ne sont ordinairement pas destinés à la consommation directe.

A cette catégorie d'alcools appartiennent les alcools de betterave, de mélasse, de pomme de terre et de grains; cependant les deux derniers sont aussi parfois consommés comme eau-de-vie.

Alcool (Sprit). — On donne ce nom au produit contenant de 95 à 97 p. c. en volume d'alcool éthylique, débarrassé autant que possible techniquement de tous les composés accessoires que contient l'alcool brut ou d'industrie. C'est ce produit qui est employé à la fabrication des liqueurs.

431. — *Appréciation.*

Eaux-de-vie. — Elles doivent renfermer à côté de quantités variables d'alcools supérieurs (fusel), d'acides libres et d'éthers, une certaine proportion d'aldéhydes et de furfurol (aldéhyde pyromucique), tandis que ces produits ne se rencontrent en général pas dans les mélanges de trois-six pur et d'eau.

Les eaux-de-vie provenant de la fermentation des cerises, des pruneaux, des poires, des pommes, des baies de genièvre, des racines de gentiane, de la mélasse (rhum), ainsi que celles qui sont retirées du vin (cognac) et les autres spiritueux d'origine semblable, doivent contenir les produits spéciaux que l'on obtient par la fermentation et la distillation des matières premières correspondant à chacune d'elles. Les eaux-de-vie dans lesquelles ces produits, qui forment leur bouquet caractéristique, ne peuvent pas être décelés d'une manière certaine ou sont remplacés par des essences, doivent être désignées sous les dénominations d'eau-de-vie *façon* cognac, *façon* rhum, etc.

Les liqueurs et eaux-de-vie ne peuvent renfermer ni des métaux vénéneux (cuivre, plomb, zinc), ni des substances amères nuisibles à la santé (aloës, agaric blanc, feuilles de

séné, etc.), ni des corps aromatiques toxiques (nitrobenzine), ni des matières colorantes vénéneuses (acide picrique, etc.).

On tolère exceptionnellement, dans les eaux-de-vie, une teneur en cuivre de 0.04 gr. par litre. On tolère également la présence de traces de zinc.

La totalité de l'acide cyanhydrique libre ou combiné dans les kirschs et eaux-de-vie de pruneaux, ne doit pas dépasser 0.05 gr. par litre, ni être inférieure à 0.008 gr. par litre.

Il est interdit d'ajouter aux liqueurs de la saccharine ou des substances sucrantes autres que le sucre.

Les eaux-de-vie doivent être suffisamment purifiées. L'eau-de-vie de pomme de terre ne contiendra pas plus de 1.5 pour mille en volume d'impuretés rapportées à l'alcool absolu.

La richesse alcoolique des spiritueux doit être d'au moins 45 p. c. en volume.

Alcools. — Ils doivent avoir une richesse alcoolique minimum de 95 p. c. en volume.

Les alcools fins, surfins et extrafins ne peuvent renfermer ni furfurol ni impuretés azotées (bases, acide nitreux, etc.); les alcools surfins et extrafins ne doivent, en outre, pas renfermer d'aldéhyde; la proportion de ce dernier corps ne peut pas excéder 0.05 pour mille en volume dans l'alcool fin. La quantité de solution alcaline N/10 nécessaire pour neutraliser l'acidité de 100 cc. d'un trois-six ne peut pas être supérieure à 1 cc.

La dégustation des divers trois-six, ramenés avec de l'eau distillée à ne contenir que 30 p. c. d'alcool en volume, ne doit pas laisser percevoir de goût ou d'odeur autres que ceux de l'alcool dans les trois-six extrafins; dans les trois-six surfins, l'odeur et la saveur accessoires doivent être presque nulles; dans les alcools fins, on ne doit constater qu'un très faible arrière-goût et une faible odeur dus aux impuretés.

432. — *Dosage de l'alcool.*

La détermination de la richesse alcoolique des spiritueux colorés ou renfermant des matières extractives doit être effec-

tuée par la distillation du produit, préalablement dilué proportionnellement à sa teneur en alcool. On élimine les huiles essentielles et les essences en suivant les prescriptions du Conseil fédéral allemand.

On peut déterminer le poids spécifique des eaux-de-vie ou du produit de leur distillation à l'aide d'un picnomètre ou d'un alcoomètre muni d'un thermomètre. A l'aide de tables, on déduit de la densité trouvée la richesse alcoolique.

433. — *Dosage du résidu sec et des matières minérales.*

Comme pour le vin (nos 364 et 365).

434. — *Détermination de l'acidité totale.*

A l'aide d'une solution alcaline N/10.

Lorsqu'il s'agit de liquides incolores, on se sert de phénolphtaléine comme indicateur; pour les spiritueux colorés, on applique la méthode d'essai par gouttes sur du papier de tournesol.

On calcule l'acidité en acide acétique.

435. — *Dosage de l'ensemble des éthers (indice d'éther).*

On neutralise exactement 50 cc. de l'eau-de-vie, que l'on fait ensuite bouillir avec 25 à 30 cc. d'alcali N/10, pendant 15 minutes, dans un ballon muni d'un réfrigérant ascendant; on titre alors l'excès d'alcali par l'acide chlorhydrique N/10 en se servant de phénolphtaléine comme indicateur.

Le nombre de cc. d'alcali N/10 employés pour décomposer les éthers de 100 cc. du spiritueux, est ce que l'on appelle l'*indice d'éther*.

436. — *Recherche des aldéhydes* (1).

a) La réaction avec le chlorhydrate de métaphénylène-

(1) Les spiritueux renfermant des matières extractives ou colorantes doivent être distillés avant la recherche des aldéhydes, du furfurol et des alcools supérieurs.

diamine, doit être employée de préférence dans tous les cas où le liquide à examiner ne contient pas d'acide nitreux.

On mélange, dans un tube à essai, 10 cc. de l'alcool ou de l'eau-de-vie à analyser avec 1 cc. d'une solution fraîchement préparée de métaphénylènediamine à 10 p. c. On observe après dix minutes la coloration jaune qui se produit. Au bout d'une demi-heure, la coloration jaune fait place à une belle fluorescence verte.

On peut déterminer approximativement, par voie colorimétrique, la teneur en aldéhyde en faisant la réaction comparativement sur l'alcool à examiner et sur des solutions renfermant des quantités connues d'aldéhyde.

b) En présence de l'acide nitreux, on emploie une solution de fuchsine décolorée par l'acide sulfureux.

Pour préparer ce réactif, on mélange des volumes égaux d'une solution aqueuse d'acide sulfureux à 1 p. c. et d'une solution de fuchsine diamant à 1 p. m.

Pour effectuer l'essai, on introduit dans un cylindre de verre un volume du réactif et deux volumes d'une dilution du liquide à examiner, préparée de telle sorte que sa richesse alcoolique soit de 30 p. c. On mélange et on observe pendant 2 minutes la coloration rouge qui s'est produite.

Ce réactif a l'inconvénient de donner aussi une faible coloration rouge avec l'alcool éthylique pur.

437. — *Recherche du furfurol* (1).

On traite 10 cc. d'alcool ou d'eau-de-vie avec 0.5 cc. d'aniline et 2 à 3 gouttes d'acide chlorhydrique : la présence de furfurol se manifeste par une coloration rouge rosée.

Lorsqu'il s'agit de faire un dosage par voie colorimétrique, il est préférable de remplacer l'acide chlorhydrique par de l'acide acétique.

On examine la coloration 15 minutes après le commencement de l'essai.

(1) Voir note au n° 436.

438. — *Recherche du cuivre et d'autres métaux.*

On recherche le cuivre, le zinc et le plomb à l'aide d'une solution très étendue de ferrocyanure de potassium, que l'on ajoute à l'eau-de-vie préalablement diluée.

La détermination quantitative du cuivre peut se faire d'après la méthode colorimétrique.

On peut encore déceler de petites quantités de cuivre (moins de 2 mgr.) par la coloration bleue que prend une solution alcoolique étendue de résine de gaïac en présence de traces d'acide cyanhydrique.

On recherchera les autres métaux lourds dans les cendres, par les méthodes ordinaires.

439. — *Dosage du fusel* (1).

On emploie la méthode de Röse modifiée.

Les eaux-de-vie doivent ordinairement être soumises d'abord à une distillation avec de la potasse caustique pour éliminer les substances colorantes et résineuses provenant des tonneaux, et pour détruire les éthers, les aldéhydes et autres corps semblables.

On ne pratique pas la distillation, lorsqu'il s'agit de doser l'ensemble des impuretés d'un alcool (y compris les éthers et les aldéhydes).

On détermine exactement, à l'aide d'un aréomètre, la richesse alcoolique du spiritueux. Si ce dernier renferme, en volume, à 15°, plus de 30 p. c. d'alcool, on trouvera dans une table établie par Brix la quantité d'eau que l'on doit ajouter à 100 cc. du spiritueux, pour l'amener à ne contenir que 30 p. c. d'alcool en volume.

Lorsque la richesse alcoolique du liquide est inférieure à 30 p. c. en volume, on l'amènera au degré voulu par addition d'alcool absolu. Dans ce cas, la quantité d'alcool que l'on doit

(1) Voir note au n° 436.

ajouter à 100 cc. du liquide, peut être calculée d'après la formule de Sell :

$$(100 + x) : (v + x) = 100 : 30, \text{ d'où l'on tire :}$$

$$x = \frac{300 - 10v}{7}$$

v = richesse alcoolique en p. c. en (volume), de l'alcool soumis à l'analyse ;

x = quantité d'alcool absolu que l'on doit ajouter à 100 cc. du spiritueux.

On mesure exactement, à 15°, dans un ballon jaugé, 200 cc. de l'alcool qu'il s'agit ramener au degré voulu, puis on ajoute soit l'eau, soit l'alcool.

Le liquide ainsi obtenu ne renferme, d'ordinaire, pas exactement 30 p. c. d'alcool en volume. On devra, pour l'amener au titre exact voulu, déterminer son poids spécifique à l'aide d'un picnomètre, ou mieux d'un alcoomètre très sensible.

Pour l'extraction par le chloroforme, l'appareil le plus recommandable est celui de Röse-Herzfeld, perfectionné par Windisch.

On introduit dans le tube parfaitement sec, à l'aide d'un entonnoir à robinet muni d'un long tube, environ 20 cc. de chloroforme ; on porte le tout à 15° et l'on s'arrange de manière que la surface du chloroforme arrive exactement au niveau du trait inférieur (20) ; on ajoute ensuite 100 cc. de l'alcool à analyser, également porté à 15°, et 1 cc. d'acide sulfurique ayant une densité exacte de 1,2857. On ferme l'appareil et on le laisse séjourner pendant 30 minutes dans un récipient renfermant de l'eau maintenue à 15°. On sort ensuite l'appareil, on fixe fortement le bouchon, on tourne lentement le tube, de manière que l'alcool et le chloroforme coulent ensemble dans la partie renflée, on sèche le tube extérieurement et on l'agite vigoureusement pendant deux minutes. On laisse alors reposer le tout, en ayant soin de faire tomber au fond les gouttelettes de chloroforme qui peuvent être restées attachées aux parois. Dans ce but, on frappe légèrement contre le tube tout en lui imprimant un mouvement de rotation.

On remet l'appareil dans l'eau à 15°, où on le laisse séjourner pendant une heure et, enfin, on lit sur le tube, à l'aide d'une loupe, le niveau atteint par la couche chloroformique.

On doit prendre de grandes précautions pour maintenir, durant toute l'opération, le liquide à la température normale de 15°. D'autre part, on doit surveiller très attentivement l'état de propreté du tube, car il suffit des plus faibles traces d'impuretés pour que de l'alcool reste englobé dans le chloroforme.

Chaque degré au-dessus ou au-dessous de la température normale de 15°, à laquelle doivent être maintenus l'eau, l'alcool et le chloroforme, fait augmenter ou diminuer le volume du chloroforme de 0,046 cc.

Les appareils doivent être nettoyés et rincés plusieurs fois après chaque opération, à l'aide d'un mélange d'alcool et d'éther.

Lorsque les instruments ont servi trois ou quatre fois, on doit les nettoyer à fond, en les remplissant avec un mélange d'acide sulfurique concentré et d'acide sulfurique fumant et en plongeant ensuite, pendant quelque temps, la partie inférieure du tube dans de l'eau presque bouillante.

On peut atténuer et réduire à un minimum certaines causes d'erreur (température s'écartant de la normale, irrégularité de l'agitation, etc.) en prenant les précautions suivantes :

1. Faire en même temps que l'essai de l'eau-de-vie à examiner et de la même manière, un essai avec de l'alcool normal (liquide alcoolique obtenu en diluant à 30 p. c. en volume, l'alcool extrafin, plusieurs fois rectifié). On détermine ainsi exactement la hauteur à partir de laquelle on doit compter l'augmentation de volume du chloroforme.

2. Maintenir durant toute l'opération tous les appareils (ordinairement deux pour l'alcool normal) à la température de 15°, en faisant usage d'un récipient assez spacieux pour permettre constamment une lecture facile des tubes.

D'autre part, il est très avantageux d'agiter mécaniquement, et en une seule fois, tous les tubes (y compris ceux qui contiennent l'alcool normal) au lieu de les secouer successivement à la main.

On calculera les alcools supérieurs en alcool amylique.

Une augmentation absolue de 0.01 cc. du chloroforme correspond à une teneur en alcool amylique de 0.006631 p. c. en volume.

La teneur en fusel de l'alcool à 30 p. c. peut être rapportée à celle de l'alcool primitif en faisant usage de la formule suivante :

$$100 : f = (100 + a) : x$$

$$\text{d'où } x = \frac{f\,(100 + a)}{100}$$

f = teneur en alcools supérieurs.
a = alcool ou eau ajoutés à 100 cc. du spiritueux.
x = teneur en fusel de l'alcool examiné.

440. — *Recherche et dosage de l'acide cyanhydrique libre ou combiné.*

Pour la recherche de l'acide cyanhydrique libre, 5 cc. d'eau-de-vie sont mélangés dans un tube à réaction avec quelques gouttes de teinture de guaïac fraîche (0.1 gr. de résine dans 50 cc. d'alcool et 50 cc. d'eau) et 2 gouttes de solution à un pour mille de sulfate de cuivre : coloration bleue après agitation.

Pour la recherche de l'acide combiné, 5 cc. sont rendus alcalins par addition de potasse caustique ; après cinq minutes, on acidule faiblement par de l'acide acétique et on continue l'opération comme ci-dessus.

Pour le dosage de l'acide cyanhydrique libre, on ajoute un excès de solution de nitrate d'argent (renfermant 3,1496 gr. de nitrate d'argent par litre et dont 1 cc. = 1/2 mgr. d'acide cyanhydrique) à une quantité d'au moins 100 cc. du spiritueux, on ajoute assez d'eau pour obtenir 300 cc. de liquide, on filtre à travers un filtre sec et l'on titre l'excès d'argent à l'aide d'une solution de sulfocyanure d'ammonium en se servant d'alun ferrique comme indicateur.

Lorsque l'on veut doser la totalité de l'acide cyanhydrique

(libre et combiné), on alcalinise fortement au moins 100 cc. du spiritueux avec de l'ammoniaque, on ajoute un excès de solution argentique et, de suite après, on acidifie le liquide par l'acide nitrique; on termine le dosage de l'acide cyanhydrique total comme pour l'acide cyanhydrique libre.

441. — *Recherche des colorants.*

Les eaux-de-vie colorées en brun jaunâtre par un séjour dans des tonneaux en bois, renferment une certaine quantité de *tanin* et donnent avec le perchlorure de fer une coloration brun verdâtre.

On peut déceler la présence du *caramel* par la méthode de Amthor, dans laquelle on emploie la paraldéhyde et le chlorhydrate de phénylhydrazine.

Pour rechercher les *couleurs d'aniline*, on évapore à sec le liquide additionné de sable et l'on épuise le résidu avec de l'éther ou de l'alcool amylique. (Voir Vin et Beurre.)

442. — *Recherche de la saccharine et d'autres matières édulcorantes.*

Comme pour le vin.

443. — *Recherche de la nitrobenzine, de l'acide nitreux et des bases.*

On détermine la présence de la *nitrobenzine* en la transformant par réduction en aniline.

Pour faire la recherche de l'*acide nitreux*, on alcalinise faiblement 200 cc. de l'alcool, on concentre le liquide au bain-marie et l'on essaie le résidu comme il est indiqué pour la recherche de l'acide nitreux dans l'eau.

Pour doser l'*ammoniaque* qui correspond aux *bases organiques*, on ajoute de l'acide sulfurique à un litre du spiritueux, on chasse l'alcool par distillation, on évapore presque à sec et

Lorsqu'on ajoute au vinaigre des aromates ou des épices tels que l'estragon, le laurier, les merises, les fraises, les framboises, le piment rouge, la moutarde ou le poivre, il doit être désigné sous une dénomination indiquant la présence de ces produits.

447. — *Appréciation.*

1. Le vinaigre de table doit présenter une odeur et une saveur franches, en rapport avec la qualité déclarée du produit. Après avoir été neutralisé, il ne doit pas avoir de goût fort et brûlant, à moins cependant qu'il ne soit spécifié que le vinaigre en question est aromatisé avec des épices.

2. Il doit être limpide, ne pas renfermer de quantités notables d'anguillules, ni contenir des végétations cryptogamiques visibles à l'œil nu.

3. La teneur minimum en acide acétique ($C_2H_4O_2$) doit être de 4 p. c.

Dans les vinaigres obtenus par la fermentation acétique, une teneur en acide acétique inférieure à 4 p. c. peut avoir pour cause, non pas une dilution trop forte du vinaigre, mais une fermentation acétique incomplète. Dans ce cas, au lieu de considérer la marchandise comme *falsifiée intentionnellement*, on doit la considérer comme étant un produit *incomplètement fabriqué*. Dans ces vinaigres on doit tenir compte de la quantité d'alcool et, s'il s'agit de vinaigre de miel, du sucre qu'ils peuvent encore contenir.

4. Il ne peut pas renfermer les corps suivants :

a) acides inorganiques libres;

b) acide oxalique;

c) composés métalliques vénéneux;

d) produits de saveur forte, à moins qu'ils ne soient déclarés;

e) substances empyreumatiques.

5. La coloration du vinaigre avec des matières colorantes inoffensives est tolérée.

6. On ne peut désigner sous le nom de *vinaigre de vin* que

celui qui est préparé uniquement par la fermentation acétique du vin. Ce vinaigre doit renfermer les éléments du vin; la quantité de ces éléments peut être diminuée par la dilution du vin, mais le vinaigre qui en résulte doit cependant renfermer au moins 10 gr. d'extrait et 1 gr. de matières minérales par litre.

7. Le vinaigre préparé par le mélange d'acide acétique ou d'essence de vinaigre avec de l'eau, ne peut pas être vendu comme vinaigre de fermentation.

L'essence de vinaigre doit satisfaire aux conditions formulées ci-dessus au 4°. Dans le commerce de détail, elle ne peut être livrée que dans des récipients portant l'inscription : « A employer seulement à l'état dilué. »

448. — *Détermination de l'acidité.*

Par titration sur 10 cc. au moins, à l'aide d'une solution alcaline normale, avec la phénolphtaléine comme indicateur. Les vinaigres rouges doivent être dilués au préalable.

449. — *Recherche des acides minéraux libres.*

On introduit dans un tube à essai 10 cc. environ de vinaigre et on y laisse couler quelques gouttes de solution faible de violet de méthyle 2B ou de tropéoline 00. La présence d'une petite quantité d'un acide minéral se traduit, sous l'action du violet de méthyle, par une coloration bleue de la zone de séparation des deux liquides; si la quantité d'acide minéral est plus forte, il se produit une coloration verte. La tropéoline donne, en présence des acides minéraux, une coloration rouge écarlate.

L'acide oxalique se comporte comme les acides minéraux

450. — *Recherche des matières empyreumatiques dans l'essence de vinaigre et le vinaigre d'essence.*

On soumet 100 cc. de vinaigre à la distillation et l'on

recueille les 10 premiers cc. du liquide distillé, auxquels on ajoute 1 cc. d'une solution de permanganate de potasse à 1 p. m. Si le vinaigre renferme des produits empyreumatiques, le mélange se décolore en moins de 10 minutes.

451. — *Détermination du poids spécifique.*

Comme pour le vin (v. nº 362).

452. — *Dosage de l'extrait.*

Par la méthode directe employée pour l'extrait du vin (voir nº 364).

453. — *Dosage des matières minérales.*

Comme pour le vin (v. nº 365).

454. — *Recherche des métaux.*

Les métaux que l'on doit rechercher sont le plomb, le cuivre et le zinc. Ceux-ci peuvent provenir de l'action du vinaigre sur les récipients dans lesquels il a séjourné.

Si l'on ajoute à 20 cc. de vinaigre un volume égal d'une dissolution aqueuse d'hydrogène sulfuré, le mélange doit ne pas changer de couleur.

On fera la détermination quantitative de ces métaux sur le produit obtenu par calcination du résidu de 200 cc. de vinaigre avec du carbonate de soude et du salpêtre.

455. — *Recherche des acides organiques autres que l'acide acétique.*

On constate la présence de l'acide oxalique par la formation d'un trouble, lorsque que l'on ajoute un peu de solution de sulfate de chaux au vinaigre. On effectue le dosage de cet acide à l'état d'oxalate ou d'oxyde de calcium.

Les autres acides organiques sont décelés et dosés comme il a été indiqué pour le vin (v. nos 376 et 377).

456. — *Dosage de l'alcool.*

On dose l'alcool dans le vinaigre préalablement neutralisé, en opérant comme pour le vin (v. n° 363).

457. — *Recherche de l'aldéhyde.*

Comme pour les alcools (v. n° 436).

458. — *Recherche des substances végétales de saveur forte.*

On constate la présence de ces substances par la dégustation du vinaigre préalablement neutralisé.

459. — *Recherche et dosage du tartre, de l'acide phosphorique et de la potasse. Recherche des matières colorantes. Recherche des substances conservatrices.*

Comme pour le vin.

Pour la simple recherche du tartre, le vinaigre est évaporé à consistance sirupeuse et versé encore chaud dans un tube à essai; le tartre cristallise sur les parois. Au besoin on provoque la précipitation par addition de quelques gouttes d'un mélange d'alcool et d'éther.

CAFÉ.

460. — *Définition.*

Le café est la graine, presque complètement débarrassée de sa coque, du caféier (Coffea arabica L.) et de quelques autres végétaux du genre Coffea.

461. — *Manipulations et falsifications du café.*

Le café vert est parfois soumis à certains traitements qui ont pour but soit de rendre propre à la vente une marchandise avariée, soit de donner une meilleure apparence à un produit de peu de valeur :

a) Traitement des grains par l'eau ou la vapeur d'eau;

b) Coloration à l'aide de poudres colorées (ocre, graphite, bleu de Prusse, indigo, jaune de chrome, sels de cuivre, etc.);

c) Polissage des fèves avec de la sciure de bois;

d) Torréfaction légère;

e) Addition de grains faits de toutes pièces.

Le café torréfié est soumis aux manipulations et falsifications ci-après :

a) Glaçage à l'aide de sirops, de sucre, etc.;

b) Enrobage avec des graisses, huiles de vaseline, etc, ;

c) Addition de grains artificiels imitant les grains naturels.

En outre, le café torréfié et moulu est parfois additionné d'autres substances de valeur inférieure, telles que des déchets de café, du café déjà épuisé (marc de café) et des succédanés du café.

462. — *Appréciation.*

a) *Café vert.* — Le café de bonne qualité doit être composé de grains de grosseur et de couleur égales; il ne peut pas renfermer de grains noirâtres, mal mûrs, avariés, ni des débris de coques, de bois ou de pierres.

La teneur maximum en eau doit être de 18 p. c.; en matières minérales, de 4 p. c. environ; en chlore, de 0.6 p. c.

Le café vert coloré ou apprêté doit être considéré comme falsifié.

b) *Café torréfié, en grains.* — Le café qui n'a pas subi l'opération du glaçage flotte sur l'eau, tandis que celui qui a été glacé tombe généralement au fond.

Il ne peut pas présenter une odeur de rance.

La teneur en eau ne peut pas dépasser 4 p. c.

La quantité de matières caramélisées superficielles susceptibles d'être enlevées par lavage à l'eau, ne peut pas être supérieure à 3 p. c. La quantité de matière grasse susceptible d'être enlevée par lavage à l'éther ne peut pas excéder 1,5 p. c. et elle doit être complètement saponifiable.

La teneur en cendres doit être au maximum de 5,5 p. c.

Le café torréfié ne peut pas contenir de grains brûlés.

c) *Café torréfié moulu.* — Le café torréfié moulu doit posséder les mêmes qualités que le café torréfié en grains. L'examen microscopique ne peut pas déceler la présence de matières organiques étrangères au café ou de déchets de café.

463. — *Examen microscopique.*

Le spermoderme ou pellicule est une membrane mince, chatoyante, constituée par un tissu formé de cellules aplaties, vides, à parois très minces, présentant des contours indécis. On constate encore la présence de cellules pierreuses allongées, parsemées de petites fentes.

L'albumen est formé de cellules polyédriques d'un aspect tout particulier, allongées, noueuses, non ligneuses, à parois épaisses.

Les cellules qui composent l'embryon sont disposées très régulièrement; elles ont des parois très tendres et sont pour la plupart remplies de protoplasme et de petits globubles huileux.

Dans le café torréfié, les parois des cellules et leur contenu sont plus ou moins brunis par la chaleur.

On peut facilement distinguer sur les coupes microscopiques de la surface des cafés colorés artificiellement, des amas du ou des colorants employés.

Avant d'observer au microscope la poudre de café torréfié, on doit rendre celle-ci plus transparente en la soumettant à l'action de l'hydrate de chloral en solution. La cuisson dans la soude caustique altère facilement les éléments caractéristiques du café.

464. — *Recherche de la coloration artificielle.*

On râcle la partie superficielle des grains. On recherche alors les colorants dans la poudre obtenue ou dans les cendres de celle-ci.

465. — *Dosage du chlore.*

On examine les cendres au point de vue des chlorures : une teneur trop forte en chlore indique que le café a été avarié par l'action de l'eau de mer.

466. — *Dosage de l'eau.*

On dessèche, jusqu'à poids constant, dans l'étuve à eau, 5 gr. de café vert ou torréfié, finement pulvérisé.

467. — *Dosage de l'extrait aqueux du café torréfié.*

On introduit 10 gr. de la denrée, séchée à l'air, dans un becherglas, on ajoute 200 cc. d'eau et l'on prend la tare du tout; on porte à l'ébullition; après refroidissement, on rétablit par addition d'eau distillée le poids primitif de l'ensemble ; on mélange bien, on filtre, et l'on prend 25 à 50 cc. du liquide filtré, que l'on évapore au bain-marie et que l'on dessèche dans l'étuve à eau, jusqu'à poids constant.

468. — *Dosage des matières grasses et de la paraffine.*

On agite ensemble pendant 2 minutes 10 gr. de café et 50 cc. d'éther; on filtre, on lave le café sur le filtre avec 25 cc. d'éther et l'on détermine par pesée le résidu d'évaporation du liquide éthéré.

On examine ce même extrait au point de vue de la saponification de la matière grasse.

469. — *Dosage de la caféine.*

On épuise 5 gr. de café par décoction pendant une heure dans 300 cc. d'eau. On répète cette opération encore deux fois avec la même quantité d'eau. Puis, sans les filtrer ni les passer, on concentre l'ensemble des liquides d'extraction au quart de leur volume primitif. On ajoute, à chaud, au liquide concentré, de l'oxyde de plomb fraîchement précipité, jusqu'à réaction faiblement alcaline du mélange ; on ajoute à ce dernier du sable grossier lavé, on évapore à sec, on épuise le résidu pendant au moins 3 heures par le chloroforme dans un appareil à extraction, on distille la solution chloroformique, on redissout le résidu dans de l'eau chaude, on évapore la solution aqueuse dans une capsule tarée, on dessèche dans l'étuve à eau et l'on pèse.

Le poids du résidu est celui de la caféine.

470. — *Dosage de la glaçure.*

On introduit 20 gr. de grains de café entiers et sans cassures dans un flacon de 1 litre ; on ajoute 500 cc. d'eau à 15° et l'on agite pendant 5 minutes en se servant d'un agitateur mécanique marchant à raison de 120 tours par minute. On passe immédiatement le liquide à travers un tamis et l'on filtre.

On prélève 250 cc. du liquide filtré, que l'on évapore au bain-marie ; on dessèche durant 3 heures dans l'étuve à eau, on pèse, on calcine et l'on pèse à nouveau.

La différence entre les deux pesées donne le poids des des matières caramélisées solubles provenant du glaçage.

SUCCÉDANÉS DU CAFÉ.

471. — *Définitions.*

On peut classer ces succédanés en cinq groupes, se distinguant par la nature des matières employées : *a*) racines ren-

fermant des matières sucrées; *b*) fruits sucrés; *c*) fruits amylacés; *d*) sucre brûlé; *e*) mélange de plusieurs succédanés.

472. — *Appréciation.*

Les produits renfermant des moisissures ou attaqués par des insectes, doivent être rejetés comme impropres à la consommation.

La quantité d'eau ne peut pas dépasser les limites ci-dessous :

Succédanés à base de chicorée : 15 p. c. ;
» » » » figues : 20 p. c. ;
» » » » graines de céréales : 3 p. c. ;
» » » » glands : 3 p. c.

Teneurs maxima en matières minérales :

	Cendres totales.	Partie des cendres insoluble dans l'acide chlorhydrique à 10 p. c. de HCl.
Succédanés à base de chicorée :	8 p. c.	2 p. c.
» » » » figues :	5 p. c.	1 p. c.
» » » » graines de céréales et de glands :	4 p. c.	1 p. c.

CACAO ET CHOCOLAT.

473. — *Définitions.*

On désigne sous le nom de *cacao* les graines du cacaoyer (Theobroma Cacao L.). Avant de servir à la fabrication des préparations alimentaires, ces graines sont torréfiées et débarrassées de leur tégument ou coque.

Pâte pure de cacao. — C'est la masse que l'on obtient par la mise en forme du produit pur de la pulvérisation des graines de cacao; la pâte obtenue ne peut avoir subi aucune addition de substance étrangère ; elle doit avoir conservé la totalité de sa matière grasse (beurre de cacao).

Cacao dégraissé. — C'est de la pâte de cacao dont on a

enlevé par expression à chaud 20 à 35 p. c. de beurre de cacao.

Cacao soluble. — On prépare ce produit en traitant les fèves torréfiées par des carbonates alcalins, l'ammoniaque ou la vapeur d'eau sous pression. Les fèves sont alors desséchées, concassées, dégraissées et enfin pulvérisées.

Chocolat. — C'est un mélange de cacao et de sucre ; il se trouve dans le commerce soit en poudre, soit moulé en formes variées. Il renferme de 40 à 70 p. c. de sucre. La présence dans le chocolat de substances autres que le cacao, le sucre et certains aromates, doit être considérée comme une falsification.

Chocolat fondant. — Il renferme plus de sucre et de beurre de cacao que le chocolat ordinaire.

Le chocolat et le cacao (en tablettes et en poudre) peuvent être aromatisés avec les substances suivantes : vanille, benjoin, baume de tolu et du Pérou, cannelle, girofle et muscade.

Chocolat au lait. — C'est une préparation composée de cacao, de lait et de sucre. Il ne doit renfermer aucune des substances conservatrices dont l'emploi n'est pas toléré pour la conservation du lait (acide borique, borax, formaldéhyde et dérivés de la série aromatique). On le trouve dans le commerce en plaque ou en poudre.

Masse ou chocolat pour couvrir les bonbons (couverture). — C'est un mélange de cacao, de sucre et d'épices avec des amandes ou des noisettes. Cette préparation sert presque exclusivement en confiserie pour la préparation des bonbons.

474. — *Falsifications, appréciation.*

Principales falsifications du cacao et du chocolat :

1. Addition de coques de cacao, d'autres coquilles ou de sciure de bois ;

2. Addition de fécule, de farines de céréales, de châtaignes, de glands torréfiés, de dextrine ou de gomme ;

3. Addition de substances minérales, telles que l'ocre, la terre glaise ou le sable ;

4. Substitution, au beurre de cacao, de matières grasses de moindre valeur, telles que la graisse de bœuf, le saindoux, l'huile d'amande douce, l'huile d'œillette, le beurre de coco ou l'huile de vaseline.

Les *fèves de cacao* mal mûres ou mal vannées, celles qui sont attaquées par les insectes, qui présentent des moisissures ou qui ont souffert du contact de l'eau de mer, ne peuvent pas être employées à la fabrication des produits alimentaires.

Pâte pure de cacao. — Matières minérales : maximum 5 p. c.; minimum 2 p. c.

Beurre de cacao : maximum 54.5 p. c.; minimum 45 p. c.

Beurre de cacao. — Point de fusion : 29—33.5°.
» » solidification : 24—25°.
Pouvoir réfringent à 40° : 46—49.
Indice d'iode : 34—37.
» de saponification : 192—202.

Cacao soluble. — Il ne peut pas renfermer plus de 3 p. c. de carbonates alcalins ajoutés (rapportés au cacao dégraissé).

La quantité de matières minérales ne peut en aucun cas dépasser 8 p. c.

Chocolat. — Le chocolat de bonne qualité présente une belle coloration brune; le chocolat gris ou tacheté doit être considéré comme une marchandise altérée. A la température ordinaire, la cassure d'un bon chocolat est dure, vitreuse et régulière.

Dans un bon chocolat (à l'exception du chocolat fondant) la matière grasse et le sucre ne forment pas plus de 80 à 85 p. c. de la masse, les 15 à 20 p. c. restants étant constitués par la substance du cacao exempte de matière grasse.

La proportion de matières minérales renfermées dans un chocolat de bonne qualité ne dépasse pas 3.5 p. c.

Chocolat au lait. — Pour pouvoir se conserver, ces produits doivent être bien desséchés; c'est pourquoi l'on ne doit pas tolérer qu'ils renferment plus de 5 p. c. d'eau.

Chocolat à la noisette, à l'avoine, cacao à la viande, etc. — Les composants indiqués sur l'étiquette doivent être de bonne

qualité. La préparation ne peut renfermer d'autres substances que celles indiquées sur l'emballage.

475. — *Examen microscopique.*

On prépare une prise d'essai en la pulvérisant finement et en la débarrassant de sa graisse; une portion de la matière ainsi traitée est examinée au point de vue de la présence de matières féculentes étrangères; une autre partie est chauffée dans un mélange de glycérine et d'acide acétique, afin de rendre les éléments de tissus plus transparents.

On reconnaît aisément les falsifications dues à l'addition de substances amylacées étrangères au cacao, car les grains d'amidon du cacao sont très petits (4—14 μ) et ont une forme caractéristique.

De même l'addition de coques de cacao, de coquilles d'amandes et de noisettes, ainsi que de sciure de bois, peut être facilement reconnue, grâce à la structure anatomique caractéristique des éléments de ces différents corps.

476. — *Dosage et essai qualitatif de la matière grasse.*

a) Dosage. — On mélange avec du sable 5 gr. de la substance pulvérisée, on dessèche et l'on épuise la masse par l'éther absolu, pendant 6 heures, dans un appareil à extraction de Soxhlet; on distille la solution éthérée, on dessèche le résidu jusqu'à poids constant dans l'étuve à eau et l'on pèse.

b) Essai qualitatif. — Cet essai comporte la détermination du point de fusion, celle du pouvoir réfringent et, au besoin, celles de l'indice d'iode et de l'indice de saponification.

On ne doit constater le point de fusion de la matière grasse que trois jours après l'avoir introduite dans un tube capillaire.

La matière grasse destinée aux essais qualitatifs doit toujours être fraîchement extraite à froid par l'éther.

477. — *Dosage du sucre.*

a) Par la méthode d'Allihn. — On épuise, par l'alcool à 80 p. c., le chocolat dégraissé; on élimine par distillation

l'alcool du liquide d'extraction, on redissout le résidu dans de l'eau, on invertit la solution, on la neutralise et l'on termine l'opération comme pour la détermination du sucre de canne dans les vins doux (v. n° 392.)

b) Par la méthode aréométrique de Zipperer. — On laisse macérer pendant quatre heures dans 200 cc. d'eau froide, en agitant fréquemment, 50 gr. de chocolat finement râpé. On passe le liquide à travers un tissu de flanelle et l'on en détermine le poids spécifique à l'aide d'un aréomètre spécial.

c) Par voie polarimétrique. — On pèse 13,024 gr. de chocolat râpé, que l'on humecte avec de l'alcool; on ajoute environ 30 cc. d'eau et l'on chauffe le tout pendant 10 à 15 minutes au bain-marie. On filtre alors le liquide encore chaud à travers un filtre plissé, en ayant soin de recueillir le liquide dans un ballon portant deux traits de jauge (à 100 et 110 cc.); le liquide filtré peut sans inconvénients être trouble. On lave ensuite à plusieurs reprises, à l'eau chaude, la substance qui reste sur le filtre, en remplissant chaque fois complètement ce dernier. Lorsque l'on a obtenu à peu près 100 cc. de solution, on décolore celle-ci en y ajoutant 5 cc. d'acétate de plomb, laissant reposer pendant un 1/4 d'heure, puis introduisant encore quelques gouttes de solution d'alun et un peu d'hydrate d'alumine humide. On complète ensuite le volume à 110 cc. avec de l'eau distillée, on agite fortement et l'on jette sur un filtre à plis. On peut faciliter la filtration en humectant d'abord légèrement le papier à filtrer, mais dans ce cas on doit rejeter les premiers 25 cc. du liquide filtré.

Les résultats de l'observation au polarimètre doivent être augmentés de 1/10 et ensuite doublés.

478. — *Dosage et essai qualitatif des matières minérales; dosage des carbonates alcalins.*

On incinère environ 5 gr. de substance et l'on recherche dans les cendres les matières minérales ajoutées.

Lorsqu'il s'agit d'un cacao soluble, on doit doser dans les cendres les carbonates alcalins.

479. — *Dosage de l'eau.*

On met, dans une capsule plate, environ 5 gr. de l'échantillon pur ou, s'il le faut, mélangé avec du sable, et l'on dessèche jusqu'à poids constant dans l'étuve à glycérine.

480. — *Dosage de l'amidon.*

On fait bouillir pendant quatre heures une prise d'essai, débarrassée de son sucre et de sa matière grasse, dans de l'acide sulfurique dilué. On élimine l'excès d'acide par l'acétate basique de plomb, et le plomb en excès par l'hydrogène sulfuré. On dose ensuite au moyen de la liqueur de Fehling le sucre dans le liquide filtré.

481. — *Dosage de la cellulose.*

Voir Epices (n° 333).

482. — *Dosage de la théobromine.*

Par le procédé de Brunner.

THÉ.

483. — *Définition.*

Le thé est constitué par les bourgeons et les feuilles de l'arbre à thé (Thea sinensis S.), que l'on a torréfiés après leur avoir fait subir diverses manipulations.

Suivant le mode de préparation employé, on obtient le thé vert ou le thé noir.

Dans la préparation du thé vert, on soumet les bourgeons ou les feuilles, immédiatement après la récolte, à une torréfaction de peu de durée, puis on les roule entre les mains, on les sèche au soleil et on les torréfie encore une fois.

Pour obtenir du thé noir, on rassemble les bourgeons et les feuilles fanées en tas, que l'on abandonne à une fermentation particulière. Le traitement ultérieur est le même que celui appliqué à la préparation du thé vert.

484. — *Manipulations usuelles et falsifications.*

La couleur des thés verts destinés à l'exportation est fréquemment rehaussée par du bleu de Prusse et du gypse, ainsi que par un mélange d'indigo, de curcuma et de gypse.

On prépare des thés parfumés en laissant le thé en contact pendant 12 à 24 heures avec des fleurs odorantes.

On peut citer parmi les falsifications le mélange de thé de bonne qualité avec des feuilles de sortes inférieures, l'addition de feuilles de thé déjà épuisées ou de feuilles étrangères (feuilles d'épilobe, de fraisier, de saule, de grémil, de cerisier, de frêne, de sureau, de rosier, de caféier et de maté).

On ajoute encore au thé du gypse, de l'alumine ou du sulfate de baryte pour augmenter le poids de la marchandise.

Le *thé en briques* est préparé par compression de feuilles de thé plus ou moins mélangées de déchets et de poussière. Les feuilles qui servent à cette préparation n'ont pas subi la torréfaction et la fermentation habituelles.

Le produit connu sous le nom de Lie-tea est composé de poussière de thé mélangée de gomme.

485. — *Appréciation.*

L'infusion chaude du thé doit être limpide, d'une belle couleur jaune dorée, présenter l'odeur caractéristique du thé et un goût légèrement amer.

La teneur du thé en eau ne peut pas dépasser 12 p. c.; elle varie généralement entre 5 et 10 p. c.

Cendres : 7 p. c. au maximum, dont la moitié au moins doit être soluble dans l'eau.

L'extrait aqueux de thé vert doit former au minimum les

28 p. c., celui du thé noir les 25 p. c. de la substance; le thé de bonne qualité en donne de 30 à 40 p. c.

Teneur minimum en théobromine : 1 p. c. Les bons produits en renferment en moyenne 2 p. c.

La quantité de tanin ne doit pas être inférieure à 10 p. c. dans les thés verts et à 7.50 p. c. dans les thés noirs.

On peut considérer le thé comme additionné de thé déjà épuisé lorsque la teneur en extrait aqueux et en tanin est anormalement faible.

486. — *Examen morphologique et microscopique des feuilles détrempées.*

On laisse séjourner les feuilles dans de l'eau chaude jusqu'à ce que l'on puisse facilement les dérouler et les étendre; on les sèche alors sur du papier à filtrer. On examine la structure des feuilles à l'œil nu ou à la loupe; on procède ensuite à l'examen microscopique, lequel porte principalement sur l'observation de la forme de deux des éléments caractéristiques du thé : les cellules pierreuses et les poils.

487. — *Dosage de l'eau et des cendres.*

On effectue ces dosages comme pour le cacao (n[os] 478 et 479).

488. — *Dosage de l'extrait aqueux.*

Comme pour le café (n° 467).

489. — *Dosage de la théobromine.*

Par la méthode de Keller.

490. — *Dosage du tanin.*

On fait bouillir à trois reprises, pendant une demi-heure,

2 gr. de thé dans de l'eau, en employant chaque fois 100 cc. d'eau.

On réunit les trois décoctions, on fait bouillir le tout et l'on précipite le tanin par addition de 20 à 30 cc. d'une solution d'acétate de cuivre composée de 1 partie d'acétate dissoute dans 20 à 30 parties d'eau.

On filtre pour recueillir le précipité; le liquide filtré doit être coloré en vert si l'addition de solution du sel de cuivre est suffisante. On lave ensuite le précipité à l'eau chaude, on le dessèche et on le calcine dans un creuset de porcelaine. Après refroidissement, on ajoute un peu d'acide nitrique, on calcine de nouveau et l'on pèse.

Un gr. de CuO = 1,3061 gr. de tanin.

491. — *Recherche de la coloration artificielle.*

On suspend dans un cylindre rempli d'eau chaude un petit sac de mousseline renfermant le thé à examiner. En comprimant plusieurs fois le sac à l'aide d'un bâton de verre, on fait sortir la matière colorante ajoutée artificiellement.

On examine ensuite au miscroscope le dépôt qui se sépare du liquide.

MIEL.

492. — *Définition.*

Le miel est la substance sucrée que les abeilles produisent en transformant, dans un organe spécial, les sucs sucrés des fleurs et d'autres parties des plantes et en les déposant dans les cellules de cire des rayons.

On distingue deux catégories de miels : le miel de fleurs et le miel de miellat.

Ce dernier est de couleur foncée ; il présente un goût quelque peu résineux. Les abeilles le retirent du miellat qui, à certaines époques, se trouve en grandes quantités sur les conifères.

Les miels d'été sont plus riches en miellat que les miels de printemps, lesquels sont ordinairement constitués par du miel de fleurs pur.

La saveur du miel est douce et aromatique, présentant parfois un arrière goût âcre.

493. — *Falsifications et impuretés du miel.*

Les substances qui servent à falsifier le miel sont le glucose, le sucre interverti artificiel, le sirop de sucre, l'eau, la farine ou des substances minérales.

Le miel que l'on obtient en nourrissant, en été, les abeilles avec de l'eau sucrée (dans le but d'obtenir un meilleur rendement), doit être considéré comme falsifié.

Certains miels, qui nous arrivent des pays d'outre-mer sous les noms de miel de la Havane ou de miel sauvage, sont très impurs à cause des défectuosités du procédé employé pour les recueillir. Ce procédé consiste à broyer les rayons, dont on retire ensuite le miel par fusion. Il en résulte que ces miels renferment toujours, à côté d'autres impuretés, des débris d'organes d'abeilles.

494. — *Limites analytiques.*

Eau : maximum 20 p. c.

Poids spécifique de la solution (1 + 2) : 1.1200 au minimum.

La teneur en matières minérales varie entre 0.23 et 0.78 p. c. ; elle descend très rarement au-dessous de 0.35 p. c.

La quantité d'acide phosphorique calculé en anhydride (P_2O_5) varie entre 4,13 et 10.66 p. c. de l'ensemble des matières minérales; cette teneur ne dépasse que très rarement 7 p. c.

Sucre interverti : 65 à 73 p. c. ; après une faible inversion : 65 à 77 p. c.

Sucre de canne : 0.1 à 8 p. c.

Dextrines diverses : 1.3 à 8 p. c.
Acidité calculée en acide formique : 0.04 à 0.18 p. c.

495. — *Examen microscopique.*

On laisse reposer, pendant 24 heures, dans un verre conique, une solution renfermant 20 gr. de miel dans 100 cc. de liquide; on en décante ensuite la plus grande partie et l'on examine le reste au microscope.

Tous les miels véritables renferment des grains de pollen et des particules de cire.

On ne doit pas y trouver de débris d'organes d'abeilles.

On ne doit pas non plus pouvoir y déceler de grains d'amidon.

496. — *Densité du miel étendu du double de son poids d'eau.*

On dissout le miel dans deux fois son poids d'eau, on filtre et l'on détermine le poids spécifique de la solution à l'aide d'un picnomètre ou de la balance de Westphal.

497. — *Dosage des cendres.*

On carbonise, à une température aussi basse que possible, environ 10 gr. de miel contenus dans une capsule de platine: on épuise à 3 ou 4 reprises le charbon avec de l'eau chaude, puis on le dessèche, on le calcine, on ajoute au résidu la solution aqueuse des cendres, on évapore à sec au bain-marie et enfin l'on calcine en prenant la précaution de ne pas trop élever la température.

498. — *Dosage de l'acide phosphorique.*

On effectue ce dosage en opérant sur les cendres, comme pour le vin (n° 383).

Lorsque le miel renferme peu de matières minérales, on en calcine une plus forte proportion.

499. — *Observation des propriétés optiques.*

a) On observe la déviation polarimétrique d'une solution aqueuse (1+2) avant et après inversion du sucre de canne (inversion faible comme pour les vins doux; v. n° 392).

Si le miel non interverti dévie à droite le plan de polarisation, on devra précipiter la dextrine par l'alcool, puis examiner de nouveau au polarimètre le résidu d'évaporation de la solution alcoolique. Si la solution donne encore une déviation à droite, on peut supposer que le miel est additionné de sucre d'amidon ou de canne.

b) On dissout 25 gr. de miel dans 150 cc. d'eau; on ajoute à la solution 12 gr. de levure exempte d'amidon et on laisse fermenter le tout à 20°, pendant 48 heures. On concentre alors le liquide fermenté de façon à obtenir une solution renfermant une partie de miel et deux parties d'eau. Si cette dernière solution examinée au polarimètre présente une déviation de + 2°, on peut conclure à une addition de sucre d'amidon.

500. — *Dosage des différentes espèces de sucres.*

On détermine le sucre interverti et le sucre de canne par la méthode indiquée pour les vins doux (n° 392).

501. — *Dosage de la dextrine.*

D'après les indications de König et Karsch.

502. — *Dosage de l'eau.*

On étend 10 gr. de miel avec de l'eau jusqu'à ce que l'on obtienne 50 cc. de liquide. On prend 5 cc. de cette solution (1 gr. de miel) que l'on introduit dans une capsule plate contenant du sable siliceux : on évapore à sec en remuant et l'on termine la dessiccation par un séjour de deux heures dans l'étuve à glycérine.

503. — *Recherche de la saccharine.*

Comme pour le vin (n° 386).

504. — *Détermination de l'acidité.*

Une solution aqueuse de 10 gr. de miel est titrée à l'aide d'une solution alcaline N/10, en se servant de phénolphtaléine comme indicateur.

On calcule le résultat en acide formique.

CONFISERIES, PATISSERIES, CONFITURES ET SIROPS.

505. — *Définitions.*

Ier groupe : Produits renfermant, à côté du sucre, d'autres substances alimentaires, de sorte que le sucre ne prédomine pas nécessairement.

A cette catégorie appartiennent les pâtisseries proprement dites : gâteaux, tourtes, biscuits aux amandes ou aux noisettes, biscuits anglais, petites pièces, glaces, crèmes.

Ces produits contiennent presque tous de la farine, du sucre, des œufs, du beurre ou une autre matière grasse. Suivant les cas, on fait encore entrer dans leur composition des amandes, des noisettes ou des noix en conserve, du miel, des acides végétaux comme les acides acétique, citrique ou tartrique, des essences de citron, d'orange ou autres, des essences artificielles, certaines matières colorantes ou enfin des fruits frais ou conservés.

IIe groupe : Préparations renfermant surtout du sucre, quelquefois additionnées de petites quantités d'un acide végétal et, de plus, parfumées et colorées de différentes manières.

Ce groupe comprend les caramels, drops, rocks, fondants, dragées, pralines, etc.

IIIe groupe : Préparations composées principalement de sucre de canne et de la pulpe ou du suc des fruits.

Les confitures et les gelées de fruits en sont les principaux représentants.

IV[e] *groupe :* Sirops cuits avec du sucre.

On peut les classer en trois catégories :

a) Sirops de fruits, lesquels ne doivent être préparés qu'avec des sucs fermentés de fruits et du sucre;

b) Autres sirops (p. ex. le sirop de gomme);

c) Sirops de fruits artificiels : sirops de sucre aromatisés au moyen d'essences et colorés artificiellement.

V[e] *groupe :* Fruits confits, où le sucre ne figure que comme moyen de conservation.

506. — *Falsifications.*

On falsifie les *pâtisseries* en remplaçant la farine de froment par d'autres sortes de farine, le beurre par la margarine ou par d'autres graisses, tout ou partie du blanc d'œuf ou de la gomme arabique par de la gélatine.

On trouve encore des produits dans la fabrication desquels on a employé des couleurs nuisibles à la santé.

Parmi les falsifications auxquelles sont exposés les *bonbons* à base de sucre, on peut citer l'emploi de parfums artificiels à la place des essences naturelles de fruits ou du suc de ces derniers. La gomme est remplacée par de la gélatine, l'acide citrique par l'acide tartrique ou même par des acides minéraux.

On colore quelquefois ces préparations avec des colorants artificiels, qui ne sont pas toujours inoffensifs.

Dans les *confitures,* on substitue le glucose au sucre de canne; d'autre part, on étend ces produits d'une quantité notable d'eau, ce qui a pour résultat de diminuer leur faculté de se conserver. On fabrique de toutes pièces des gelées de fruits, en remplaçant la pectine par la gélatine, les sucs de fruits par des solutions acidulées et colorées artificiellement.

On ajoute quelquefois à ces produits des substances conservatrices telles que l'acide salicylique, l'acide borique ou l'aldéhyde formique.

Dans certains cas, ils renferment du cuivre ou du plomb provenant des ustensiles employés à leur préparation.

Les *sirops* de fruits sont falsifiés par le glucose employé à la place de sucre de canne; en outre, on remplace les acides végétaux par des acides minéraux; enfin, la couleur du produit est souvent d'origine purement artificielle.

Dans certains sirops, comme le sirop de gomme, la gélatine tient souvent lieu de gomme.

On doit aussi examiner les sirops au point de vue des substances conservatrices ajoutées et au point de vue de la présence de métaux vénéneux.

Les confitures et les sirops renferment parfois de la saccharine.

507. — *Appréciation.*

Les divers produits de la pâtisserie et de la confiserie doivent être préparés avec du sucre pur et ne renfermer ni substances conservatrices, ni saccharine.

Les amandes ou autres fruits renfermant des huiles qui entrent dans la préparation de ces produits, doivent avoir la saveur d'une marchandise fraîche et, en particulier, ne pas présenter un goût de rance.

La saveur acidule doit provenir uniquement d'acides végétaux (acides citrique, tartrique ou malique); le produit ne peut pas renfermer d'acides minéraux libres.

On tolère l'emploi de colorants artificiels inoffensifs dans les bonbons et les pâtisseries, mais non dans les sirops et les confitures à base de fruits.

L'emploi des colorants suivants pour les bonbons et les pâtisseries est interdit :

1. Matières colorantes dérivées des métaux lourds;
2. » » » du goudron de houille et nuisibles à la santé.

Aucun produit de la confiserie ou de la pâtisserie ne peut renfermer des composés de plomb, de cuivre ou d'autres métaux vénéneux.

Les pâtisseries à pâte feuilletée doivent être préparées avec du beurre pur.

508. — *Examen microscopique.*

On broie, dans un mortier, 5 gr. de la substance avec 10 cc. d'eau chaude et l'on filtre, après avoir laissé le produit en contact avec l'eau pendant une heure. On peut alors facilement examiner au microscope le résidu qui reste sur le filtre et en rechercher la nature.

Lorsque le produit renferme beaucoup de matière grasse, on doit préalablement le dessécher à 100° et le dégraisser par l'éther.

509. — *Détermination de la densité.*

Cette détermination ne se fait que pour les sirops. On suit la méthode indiquée pour les miels (n° 496).

510. — *Détermination de la nature des colorants.*

Si le produit à analyser est pâteux ou de consistance solide, on en triturera 5 à 15 gr. (suivant l'intensité de la coloration), dans un mortier, avec 2 ou 3 fois autant d'eau. Si la matière colorante ne se dissout pas facilement, on ajoutera de l'alcool concentré en quantité suffisante pour obtenir une solution renfermant 50 p. c. d'alcool. On introduit le mélange dans un ballon de grandes dimensions et l'on chauffe le tout au bain-marie. On filtre à chaud et on lave le résidu à l'alcool dilué; on laisse refroidir la solution, on la filtre encore une fois pour séparer la matière grasse qui s'est précipitée et l'on recherche la nature des colorants dans le liquide ainsi obtenu. Les méthodes indiquées pour l'examen de la coloration des vins peuvent servir pour une partie de ces recherches.

On peut examiner la coloration des sirops, simplement après les avoir dilués avec de l'eau.

511. — *Détermination de la nature et dosage de la matière grasse.*

On mélange 5 à 10 gr. de la substance avec un poids égal de sable ou de gypse, on dessèche le tout au bain-marie et l'on en extrait la matière grasse dans l'appareil à extraction de Soxhlet. On distille la solution éthérée, on dessèche le résidu à 100° et l'on pèse.

Pour déterminer la nature de la matière grasse, on l'extrait d'une quantité suffisante de l'échantillon et on l'examine d'après les méthodes indiquées au chapitre des graisses et huiles comestibles.

512. — *Détermination de la nature des acides et du degré d'acidité.*

On prend 25 gr. de la substance que l'on pulvérise, si c'est nécessaire, et que l'on traite avec de l'eau chaude de manière à obtenir 50 gr. de liquide. On filtre ensuite et on lave le résidu avec une quantité d'eau suffisante pour obtenir 100 cc. de solution. Si le produit renferme des matières grasses, on doit préalablement éliminer ces dernières par agitation avec de l'éther de pétrole.

On détermine l'acidité sur 10 cc. de la solution, que l'on dilue lorsqu'elle est trop colorée et que l'on titre à l'aide d'une solution alcaline N/10 en se servant de phénolphtaléine comme indicateur. Le degré d'acidité est le nombre de c.c. de solution alcaline N qui sont nécessaires pour neutraliser les acides contenus dans 100 gr. de substance.

Le reste de la solution des acides est examiné, suivant les méthodes usuelles, au point de vue de la nature des acides qui peuvent s'y trouver.

513. — *Dosage de l'eau.*

On dessèche une quantité convenable de la substance dans l'étuve à glycérine.

514. — *Dosage des matières minérales.*

On calcine, selon les procédés usuels, le résidu provenant du dosage de l'eau.

515. — *Dosage du sucre.*

Voir Sucres.

516. — *Essai au polarimètre.*

On traite 25 gr. de la substance par 20 cc. d'eau, on filtre, on décolore la solution à l'aide d'acétate de plomb et de carbonate de soude, on l'étend à 60 cc. et on l'examine au polarimètre.

517. — *Détermination du parfum.*

On prend 10 gr. du produit, que l'on additionne de 50 c.c. d'eau et de quelques grammes d'acide tartrique. On distille le mélange dans un courant de vapeur d'eau. On retire le principe aromatique du liquide distillé, par agitation avec de l'éther, et l'on évapore la solution éthérée.

On compare les caractères du résidu d'évaporation avec ceux des produits aromatiques connus.

518. — *Recherche des métaux vénéneux.*

Pour cette recherche on opère sur 50 gr. de matière, dont on détruit la substance organique par le chlore, selon le procédé de Fresenius et Babo. On examine le résidu d'après les procédés habituels de l'analyse qualitative.

519. — *Recherche des substances conservatrices.*

On procède à cette recherche en employant les mêmes méthodes que celles indiquées pour le vin et la bière.

520. — *Recherche de la gélatine.*

On traite 10 gr. de la substance par une petite quantité d'eau chaude, on filtre et on lave à l'eau le résidu restant sur le filtre, jusqu'à ce que l'on ait obtenu 30 cc. de liquide filtré. Si ce dernier renferme une matière grasse, on enlève celle-ci par un traitement à l'éther.

On réduit, par évaporation au bain-marie, le volume de la solution à 10 ou 15 cc. et l'on ajoute un volume double d'alcool à 95 p. c. La gélatine se sépare alors sous forme d'un précipité volumineux, que l'on rassemble sur un filtre et que l'on identifie à l'aide des réactions particulières de la gélatine.

SUCRES.

521. — *Définitions.*

Glucose ou sucre d'amidon : composé de dextrose, de maltose, d'isomaltose et de dextrine, résultant de l'action des acides sur l'amidon, et se présentant soit à l'état solide, soit à l'état sirupeux.

Sucre interverti : mélange à parties égales de dextrose et de lévulose, que l'on obtient par l'inversion du sucre de canne sous l'action de petites quantités d'acides minéraux, ou d'acides végétaux forts, on encore d'acide carbonique sous pression.

Le sucre interverti se présente généralement sous forme de sirop.

Sucre de canne ou saccharose, sucre candi, mélasse : produits retirés de la canne à sucre ou des betteraves.

Ils contiennent parfois, à côté du saccharose, de petites quantités de sucre interverti ou de raffinose.

Sucre de lait ou lactose : sucre retiré du petit-lait.

Maltose, isomaltose : sucres formés par inversion de l'amidon sous l'influence de la diastase ou d'autres ferments.

522. — *Appréciation.*

Le sucre de canne raffiné renferme jusqu'à 99,9 p. c. de saccharose; celui de qualité plus ordinaire n'en contient pas moins de 98 p. c.

La mélasse du sucre de canne contient environ 50 p. c. de ce dernier et, en outre, du sucre interverti, du caramel, des éthers et une faible proportion de sels.

L'addition de très petites quantités de bleu d'outremer ou de bleu de Prusse au sucre raffiné, ne doit pas être considérée comme une falsification.

Les falsifications les plus fréquentes consistent dans l'addition des substances suivantes :

a) Gypse, craie, farine, spath pesant, que l'on reconnaîtra par l'examen microscopique ou par l'analyse des cendres;

b) Autres sortes de sucre et en particulier le sucre d'amidon, qui sera décelé par le dosage du glucose et des matières infermentescibles.

523. — *Dosage du sucre.*

a) *Méthode polarimétrique.* — Les principaux appareils de polarisation sont :

1. Le saccharimètre de *Soleil-Ventzke-Scheibler,* dont la mise au point est basée sur l'obtention de l'égalité de teintes de deux demi-disques de quartz;

2. Le polarimètre à pénombres de *Schmidt* et *Haensch,* dont la mise au point consiste à obtenir l'égalité d'éclairement des deux moitiés du champ visuel;

3. Le polaristrobomètre de *Wild,* où l'on prend comme point de repère la disparition des franges d'interférence qui se produisent dans le champ visuel.

b) *Méthodes par réduction des solutions cupriques.* — 1. *Dosage volumétrique par le procédé de Soxhlet.* — On prend 10 cc. ou, pour des dosages plus exacts, 25 cc. de chacune des deux solutions suivantes :

Solution aqueuse cuprique renfermant dans 500 cc. de liquide 34,639 gr. de sulfate de cuivre pur;

Solution alcaline préparée en dissolvant 173 gr. de sel de Seignette dans de l'eau, de manière à obtenir 400 cc. de liquide, et y ajoutant 100 cc. de lessive de soude renfermant 51.6 p. c. de NaOH.

On les introduit dans une capsule de porcelaine et l'on porte à l'ébullition; on ajoute ensuite par portions successives la solution du sucre à analyser, jusqu'à ce que le liquide soit devenu incolore.

D'après le résultat de cet essai préliminaire, on dilue la solution sucrée de façon à lui donner une teneur approximative de 1 p. c. de sucre.

On recommence l'essai avec cette solution en ajoutant d'un coup la quantité calculée du liquide sucré et en maintenant l'ébullition aussi longtemps que l'exige la nature du sucre réducteur pour que la réduction soit complète. On filtre et l'on recherche (par l'action du ferrocyanure de potassium sur le liquide filtré acidifié au moyen d'acide acétique) si le liquide filtré renferme encore du cuivre.

Selon le résultat de cet essai, on recommencera le dosage avec un volume plus grand ou plus petit de solution sucrée. On continue l'opération comme la première fois et l'on recommence jusqu'à ce que deux essais consécutifs donnent, l'un, un liquide filtré contenant du cuivre, et l'autre, une solution filtrée exempte de cuivre, la quantité de liquide sucré employée ne différant que de 0.1 cc. dans les deux essais. On calcule la teneur en sucre d'après la moyenne des deux dernières déterminations.

20 cc. de liqueur cupro-alcaline correspondent à :

0.0950 gr. de dextrose,
0.0988 gr. de sucre interverti,
0.1352 gr. de lactose,
0.1556 gr. de maltose.

2. *Dosage par voie gravimétrique.* — On fait bouillir la solution cuprique dans une capsule de porcelaine ou dans un becherglas, on ajoute une quantité de solution de sucre telle

qu'il y ait un excès de cuivre après réduction et l'on maintient l'ébullition pendant le temps nécessaire; on recueille l'oxyde rouge dans l'appareil à filtre d'amiante de Soxhlet, on le lave à l'eau chaude, puis à l'alcool et à l'éther, on le dessèche et enfin on le réduit par chauffage dans un courant d'hydrogène. On laisse le tout refroidir dans le courant d'hydrogène et l'on pèse. On trouve la quantité de sucre qui correspond au poids du cuivre en faisant usage de tables.

On peut aussi peser directement l'oxydule de cuivre formé. On obtient la quantité correspondante de cuivre en multipliant le poids trouvé par le facteur 0.888.

Dans le dosage des sucres, on doit observer certaines règles spéciales variant pour chacun d'eux et qui sont résumées ci-après :

Sucre interverti. — On prend 25 cc. de solution de sulfate de cuivre, 25 cc. de la solution de sel de Seignette et de soude caustique, et un volume de solution de sucre correspondant à un maximum de 0.245 gr. de sucre interverti. On étend le tout d'eau de façon à obtenir 100 cc. de liquide, que l'on fait bouillir pendant deux minutes.

Glucose. — On porte à l'ébullition un mélange de 30 cc. de la solution de sulfate de cuivre, 30 cc. d'une solution alcaline de sel de Seignette (173 gr. de tartrate de soude et de potasse + 125 gr. de potasse caustique dans 500 cc. de solution), et de 60 cc. d'eau. On ajoute ensuite 25 cc. de la dissolution de sucre, laquelle ne doit pas renfermer plus de 1 p. c. de sucre, et l'on fait bouillir le tout pendant encore deux minutes.

Sucre de lait. — On mélange 25 cc. de solution cuivrique et 25 cc. de solution de sel de Seignette et de soude caustique avec 20 à 100 cc. (suivant la concentration) de la solution du sucre de lait. On étend à 150 cc. le volume des liquides mélangés, puis on porte à l'ébullition que l'on maintient pendant 6 minutes.

Maltose. — On mélange à froid 25 cc. de solution cuivrique, 25 cc. de solution de sel de Seignette et de soude caustique et

25 cc. d'une solution de maltose renfermant moins de 1 p. c. de ce sucre; on fait bouillir pendant 4 minutes.

Entr'*autres méthodes* de dosage applicables, on peut encore mentionner celle de Kjeldahl.

Le *dosage du sucre de canne* s'effectue comme on l'a indiqué au chapitre des vins doux (n° 397).

Lorsqu'il s'agit d'un *mélange de sucre de canne avec du glucose ou du sucre interverti*, on dose d'abord directement ces derniers dans le liquide primitif, puis on fait le dosage du sucre de canne en déterminant la différence du pouvoir réducteur de la solution sucrée avant et après inversion et en multipliant par 0,95 la quantité de glucose correspondant à cette différence.

En ce qui concerne les *mélanges avec d'autres espèces de sucres*, on ne possède pas encore de méthode sûre suffisamment étudiée.

524. — *Dosage de l'eau.*

On dessèche l'échantillon à 100—110°.

Lorsqu'il s'agit d'un sirop, il est avantageux de le mélanger préalablement avec plusieurs fois son poids de sable quartzeux, d'élever graduellement la température et, particulièrement pour le sirop de glucose, de terminer la dessiccation dans le vide.

525. — *Dosage des matières minérales.*

Comme pour les vins doux (n° 391).

CONSERVES.

526. — *Définitions.*

Les conserves sont des produits alimentaires qui, grâce à un traitement approprié ou sous l'action de certaines sub-

stances, peuvent conserver, pendant un certain temps, leurs principales propriétés ou du moins être soustraits à certaines modifications qui les rendraient impropres à la consommation.

Les principaux procédés de conservation sont le fumage, la dessiccation, le chauffage, la refrigération et la conservation à l'abri de l'air; d'autre part, on peut ajouter aux produits qu'il s'agit de conserver des substances telles que du sel de cuisine, de salpêtre, du sucre, etc.

527. — *Appréciation.*

Une conserve ne peut pas renfermer plus de 100 mgr. de cuivre par kgr. de substance solide.

Le zinc ne peut s'y rencontrer qu'à l'état de trace.

528. — *Dosage du cuivre dans les conserves de légumes.*

On prend 100 gr. d'un échantillon représentant bien la composition moyenne du produit conservé et on les laisse égoutter pendant une heure sur un filtre. On prélève ensuite 40 à 50 gr. de la substance ainsi préparée et on l'introduit peu à peu dans une capsule de porcelaine portée au rouge sombre. On dissout les cendres dans l'acide chlorhydrique, on précipite le cuivre à l'état de sulfure de cuivre que l'on sépare et que l'on pèse.

On peut aussi doser le cuivre par voie électrolytique, ou encore à l'aide d'une méthode colorimétrique.

529. — *Recherche du zinc, en particulier dans les fruits desséchés.*

La substance (50 à 100 gr.) finement divisée est desséchée pendant trois heures, puis broyée et traitée par 25 cc. d'acide sulfurique concentré. On chauffe et l'on calcine le mélange dans un creuset de porcelaine muni d'un couvercle et porté à peine au rouge sombre. On reprend les cendres par l'acide nitrique, on évapore à sec, on redissout le résidu dans l'eau, on filtre et on neutralise la solution par le carbonate de soude.

On précipite le phosphate de fer et le phosphate de chaux à l'aide d'acétate de soude et d'acide acétique et l'on soumet le liquide filtré à l'action de l'hydrogène sulfuré; le zinc, s'il y en a, est alors précipité à l'état de sulfure.

On peut aussi détruire la substance organique par le chlorate de potasse et l'acide chlorhydrique ou en appliquant le procédé de Halencke.

SUBSTANCES CONSERVATRICES

530. — *Définition.*

Les substances conservatrices sont des produits organiques ou inorganiques ayant la propriété d'empêcher plus ou moins longtemps la décomposition de certaines matières organiques.

Les plus usitées pour la conservation des aliments et boissons sont les suivantes :

Sel de cuisine, salpêtre, acide borique et borates, acide sulfureux et ses sels, acide fluorhydrique et fluorures, carbonate et bicarbonate de soude, acide salicylique, aldéhyde formique, acide benzoïque.

531. — *Appréciation.*

Les prescriptions relatives à la tolérance des substances chimiques conservatrices dans les denrées alimentaires, se trouvent indiquées aux chapitres traitant plus spécialement de ces denrées.

532. — *Recherche et dosage du sel de cuisine.*

On retrouve ce corps dans le produit d'extraction de la substance par l'eau, ou dans les cendres.

On en détermine la quantité en dosant le chlore par voie gravimétrique ou volumétrique.

533. — *Recherche du salpêtre.*

Lorsque la substance est solide, on la traite directement par l'eau pour en faire un extrait aqueux; s'il s'agit d'un liquide on le mélange avec une substance inerte, on évapore à sec et on en prépare un extrait aqueux comme ci-dessus. On examine celui-ci au point de vue des nitrates, au moyen d'une solution d'indigo, de diphénylamine ou de brucine.

Il faut tenir compte du fait que de petites quantités de nitrates peuvent provenir de l'eau employée.

Il n'existe pas de méthode de dosage du salpêtre applicable dans tous les cas.

534. — *Recherche de l'acide borique et des borates.*

On plonge une bande de pàpier de curcuma dans la solution chlorhydrique préparée d'une manière appropriée. Si la bande desséchée prend une coloration rouge brun, passant au vert bleuâtre par l'addition d'un alcali, la présence d'acide borique est démontrée.

On peut, en outre, se servir de la même solution pour caractériser l'acide borique par la coloration qu'il donne à la flamme. Il suffit d'en porter un peu, à l'aide d'un fil de platine, dans la flamme d'un bec de Bunsen. Celle-ci présentera aussitôt un bord verdâtre.

535. — *Recherche de l'acide sulfureux et de ses sels.*

Le liquide à examiner ou la substance solide préparée d'une manière convenable, sont soumis à la distillation dans un courant d'acide carbonique. On recueille le liquide distillé dans une solution d'iode N/100 à laquelle on a ajouté un peu de dissolution d'amidon et l'on recherche par le chlorure de baryum l'acide sulfurique formé.

536. — *Recherche de l'acide fluorhydrique et du fluor.*

Voir Bière (n° 426).

537. — *Recherche du carbonate et du bicarbonate de soude.*

On recherche ces corps d'après les méthodes indiquées aux chapitres Bière et Lait.

538. — *Recherche de l'acide salicylique.*

On prépare, par agitation avec de l'éther ou par distillation de la substance convenablement préparée, des solutions que l'on essaie à l'aide d'une solution très diluée de perchlorure de fer.

539. — *Recherche de l'aldéhyde formique.*

a) Essai de Hehner. — On distille la substance, que l'on a, au besoin, étendue d'eau. On mélange dans un tube à essai quelques gouttes du produit distillé avec 1 cc. de lait ou 0,5 gr. de peptone; on ajoute ensuite de l'acide sulfurique concentré renfermant des traces de fer. La présence de la formaldéhyde se manifeste par la production d'une coloration violette à la surface de séparation.

b) Réaction du phénol. — On ajoute au produit de distillation, obtenu comme il est indiqué à la lettre *a* ci-dessus, une goutte d'une solution aqueuse très diluée d'acide phénique. On fait alors couler ce liquide sur de l'acide sulfurique concentré, en évitant autant que possible que les liquides se mélangent. La présence de l'aldéhyde formique se manifeste par l'apparition d'un anneau rouge carmin à la surface de séparation des deux liquides.

c) Réaction de Thomson. — On prépare le réactif en dissolvant 1 gr. de nitrate d'argent dans 30 cc. d'eau, en ajoutant

de l'ammoniaque jusqu'à ce que le précipité formé se redissolve et en complétant le volume à 50 cc.

Pour effectuer la réaction, on distille la substance avec de l'eau, on recueille les 20 premiers cc., on y ajoute 5 gouttes de la solution argentique et on laisse ensuite séjourner le tout durant plusieurs heures dans un endroit obscur.

La formation d'un trouble noirâtre ou d'un précipité noir démontre la présence de la formaldéhyde.

540. — *Recherche de l'acide benzoïque.*

On prépare un extrait éthéré de la substance en la traitant directement par l'éther si elle est sous forme solide ou, lorsqu'elle est liquide, en la desséchant au préalable, après l'avoir mélangée avec du sable, et en faisant l'extraction sur le résidu sec.

On évapore la solution éthérée, on traite le résidu avec 2 cc. d'acide sulfurique concentré et l'on chauffe le tout jusqu'à ce que des vapeurs d'acide sulfurique se dégagent en abondance. On ajoute peu à peu quelques décigrammes de nitrate de soude, ce qui a pour effet de décolorer le liquide, que l'on verse ensuite dans de l'ammoniaque en excès. En présence d'acide benzoïque, il se produit une légère coloration brune qui passe au rouge brun par l'addition d'une goutte de sulfure d'ammonium.

On doit, le cas échéant, faire une détermination du point de fusion de l'extrait éthéré purifié. Point de fusion de l'acide benzoïque : 121.4°.

EAUX POTABLES.

541. — *Appréciation.*

En général, il ne suffit pas de faire une seule analyse d'eau pour pouvoir en apprécier la qualité d'une manière définitive, car une même source peut, suivant la saison et les conditions météorologiques, donner une eau de qualité très variable.

On doit d'abord comparer les résultats de l'analyse d'une eau avec ceux d'eaux provenant de la même région et pour lesquelles il est prouvé, par des analyses répétées, qu'elles sont les plus pures et qu'elles possèdent la composition la plus constante.

Sous les réserves ci-dessus, une eau doit, pour pouvoir être employée régulièrement comme boisson et pour l'alimentation, répondre aux exigences ci-après :

1. Elle doit être inodore, insipide, limpide, incolore et d'une fraîcheur agréable.

2. Elle ne peut pas renfermer en suspension de quantités notables d'organismes vivants ou de substances inertes ; ces matières, en particulier, ne doivent pas être constituées par des détritus humains.

3. Dans le dosage de ses divers constituants, les quantités trouvées ne peuvent pas dépasser les limites ci-dessous :

	Mgr. par litre.
Résidu sec	500
Résidu de calcination	450
Oxydabilité (en $KMnO_4$)	6
Matières organiques	30
Ammoniaque libre, par dosage direct	0
» » par distillation.	0,02
» albuminoïde	0,05
Acide nitreux	0
» nitrique	20
Chlore à l'état de chlorures	20

4. Elle ne renfermera qu'un petit nombre de germes susceptibles de se développer ; il y a lieu, cependant, de remarquer que l'on peut trouver une assez grande quantité de germes dans une bonne eau de source, lorsqu'elle a circulé à travers de longues conduites ou lorsqu'elle a séjourné assez longtemps dans un réservoir.

5. Les germes qui se trouvent dans l'eau doivent appartenir à un petit nombre d'espèces. En outre, les divers échantillons d'une même eau, prélevés dans des conditions météorologiques variées, ne doivent pas présenter de grandes différences

entr'eux, tant au point de vue du nombre que de la variété des germes.

6. Les bactéries du coli ne peuvent pas se trouver en grand nombre dans l'eau.

542. — *Dosage du résidu sec (substances solides).*

On évapore à sec, au bain-marie, dans une capsule de platine, au moins 100 cc. d'eau et l'on dessèche le résidu à 103—105° jusqu'à poids constant.

On prend note de la couleur du résidu; celui des eaux pures, renfermant peu de matières organiques, est blanc grisâtre, tandis qu'il est jaunâtre pour les eaux plus impures et brunâtre pour les eaux ferrugineuses.

543. — *Dosage du résidu de calcination (substances solides minérales).*

On chauffe lentement le résidu sec, en ayant soin de le porter tout au plus au rouge sombre. On arrête l'action de la chaleur dès que la couleur brun noirâtre, que prend d'abord le résidu, disparaît. Après avoir laissé refroidir, on humecte le résidu avec de l'eau distillée chargée d'acide carbonique, puis on évapore au bain-marie et enfin l'on dessèche à l'étuve à 150—160° jusqu'à poids constant.

Pendant la calcination, on aura soin d'observer l'intensité de la coloration brun noirâtre que prend le résidu et l'on constatera si l'odeur qui se dégage révèle la présence de substances azotées.

544. — *Détermination de l'alcalinité (carbonates alcalino-terreux).*

On prend 100 cc. d'eau, à laquelle on ajoute comme indicateur 2 gouttes d'une solution de méthylorange; on titre alors l'alcalinité de l'eau à l'aide d'une solution N/10 d'acide chlor-

hydrique, en arrêtant l'addition d'acide dès que la couleur jaune pâle du liquide vire au rouge.

Il est nécessaire, afin d'apprécier avec certitude le changement de teinte, de comparer la couleur de l'essai avec celle d'un liquide composé de 100 cc. d'eau distillée et de 2 gouttes de la solution de l'indicateur.

On prépare la solution de méthylorange (sel de soude de l'acide diméthylamidoazobenzolsulfonique) en dissolvant 1 gr. de ce corps dans 500 cc. d'eau distillée.

Le nombre de cc. de solution acide N/10 employés, multiplié par 5, donne le degré d'alcalinité de l'eau (dureté passagère). En multipliant par 50, au lieu de 5, on obtient en mgr. par litre le carbonate de chaux contenu dans l'eau.

545. — *Dosage des matières organiques* (*oxydabilité*).

On effectue ce dosage par la méthode consistant à déterminer le pouvoir réducteur de l'eau sur le permanganate de potasse en solution acide.

On prend 100 cc. d'eau, que l'on acidifie au moyen de 5 cc. d'acide sulfurique dilué (1 vol. d'acide + 4 vol. d'eau); on ajoute au liquide une quantité de dissolution de permanganate (un peu plus faible que la solution N/100) suffisante pour que le mélange paraisse fortement coloré en rouge, même après avoir été soumis à l'ébullition. On prolonge celle-ci pendant 5 minutes, on ajoute 10 cc. d'acide oxalique N/100, puis l'on titre l'excès d'acide oxalique à l'aide de la solution de permanganate que l'on ajoute jusqu'à ce que le liquide prenne une légère coloration rose.

Immédiatement après chaque essai on procède à la détermination du titre de la solution de permanganate ; pour cela, on introduit 10 cc. d'acide oxalique N/100 dans le liquide encore chaud provenant du premier essai et l'on mesure le volume de solution de permanganate qu'il faut ajouter pour produire une coloration rose faible, mais persistante du liquide.

Le résultat de ce dosage peut être exprimé soit par le nombre de milligrammes de permanganate nécessaires à l'oxydation

des substances organiques contenues dans 1 litre d'eau, soit par la quantité de matière organique qui correspond au permanganate employé ; on admet, dans ce dernier cas, que le permanganate oxyde cinq fois son poids de matières organiques.

On peut conserver la solution N/100 d'acide oxalique pendant plusieurs mois sans altération, si l'on a soin de l'additionner de 1 p. m. de sublimé corrosif ou de 3 p. c. d'acide borique.

546. — *Dosage de l'ammoniaque libre.*

On effectue ce dosage par voie colorimétrique, en comparant les colorations que prennent, sous l'influence du réactif de Nessler, des solutions d'ammoniaque de richesse connue et le liquide à examiner.

Pour effectuer ces essais on doit avoir à sa disposition une série d'éprouvettes à pied, à fond plat, en verre blanc et munies d'un trait de jauge à la hauteur correspondant à un volume de 50 cc.

On met 50 cc. de chaque échantillon d'eau (préalablement soumis à un des traitements indiqués aux lettres *a* et *b* ci-dessous) dans un des cylindres. On ajoute à chaque essai 2 cc. de réactif de Nessler et l'on mélange bien le liquide par agitation à l'aide d'un bâton de verre aplati en forme de disque à son extrémité. On compare alors les colorations de ces essais avec celles que l'on obtient en traitant de la même manière une série de solutions préparées en ajoutant à 50 cc. d'eau distillée pure des quantités croissantes d'une solution titrée de sel ammoniac (on prend 0,0, 0,5, 1,0, 2,0, 2,5, 3,0 cc. d'une solution renfermant 0,0315 gr. de chlorure d'ammonium par litre, c'est-à dire dont 1 cc = 0,01 mgr. d'ammoniaque).

Le réactif de Nessler doit avoir une couleur jaune et donner une réaction colorée nette avec une eau dont 50 cc. contiennent 0,005 mgr. de NH_3. Lorsqu'il n'en est pas ainsi, on doit

rendre le réactif plus sensible en l'additionnant d'un peu de bichlorure de mercure.

a) *Dosage direct en opérant sur l'eau débarrassée de sels calcaires.* — On mélange dans un cylindre bouché à l'émeri 100 cc. d'eau avec 2 cc. d'une solution alcaline spécialement préparée pour précipiter les sels calcaires. On laisse déposer et l'on décante 50 cc. du liquide clair; c'est dans ce dernier que l'on dose colorimétriquement l'ammoniaque à l'aide du réactif de Nessler; on calcule la teneur en ammoniaque par litre d'après la quantité trouvée dans cet essai.

La solution destinée à précipiter les sels terreux se prépare de la manière suivante : on dissout 50 gr. de soude caustique et 50 gr. de carbonate de soude dans 400 cc. d'eau distillée pure; on fait bouillir la solution pendant 30 minutes et, après refroidissement, on complète le volume à 500 cc.

b) *Dosage par distillation.* — On introduit 500 cc. d'eau, additionnée de 10 gouttes de solution de carbonate de soude exempt d'ammoniaque, dans une cornue tubulée d'une contenance de deux litres et dont le tuyau a été recourbé presque à angle droit (cornue de Wanklyn), et l'on distille.

On peut aussi opérer la distillation dans un ballon muni d'un dispositif destiné à éviter les projections de liquide.

Le réfrigérant employé doit être très puissant.

Il faut que la distillation soit rapidement effectuée et, dans ce but, il est bon de se servir d'un bec de Bunsen de gros calibre.

On recueille les 4 premières portions de 50 cc., on les introduit chacune dans un cylindre semblable à ceux qui viennent d'être décrits, on détermine la teneur en ammoniaque de chacune d'elles par la méthode colorimétrique indiquée et l'on additionne les résultats de chaque détermination.

La solution de carbonate de soude se prépare en dissolvant dans l'eau, jusqu'à saturation, du carbonate de soude fraîchement calciné. On ne peut pas employer, pour fermer la partie tubulée de la cornue ou pour faire la jonction de celle-ci avec le réfrigérant, des bouchons ou des tubes en caoutchouc, mais il faut prendre de bons bouchons de liège que l'on aura préa-

lablement fait cuire longtemps dans l'eau ou que l'on enveloppera dans du papier d'étain.

Lorsqu'il s'agit de doser plus exactement l'ammoniaque, on doit choisir la méthode de dosage par distillation ; il faut, dans ce cas, avoir soin d'effectuer cette dernière opération dans une atmosphère ne contenant pas de vapeurs ammoniacales.

547. — *Dosage de l'ammoniaque albuminoïde.*

On se sert, pour cette détermination, du résidu de distillation provenant du dosage de l'ammoniaque par distillation (v. n° 546*b*).

Dès que la distillation en question est terminée, on ajoute au liquide restant 50 cc. d'une solution alcaline de permanganate de potasse ; puis l'on distille rapidement et l'on recueille les 150 premiers cc. dans trois éprouvettes à pied de 50 cc. : on ajoute 2 cc. de réactif de Nessler au contenu de chaque cylindre et l'on détermine ainsi colorimétriquement la teneur en ammoniaque de chacun d'eux ; on fait le total des quantités d'ammoniaque trouvées et l'on déduit par le calcul la teneur par litre.

On prépare la solution alcaline de permanganate en dissolvant 200 gr. de potasse caustique et 8 gr. de permanganate de potasse dans 1,2 litre d'eau, puis chauffant la solution dans une cornue jusqu'à ce que 200 cc. de liquide aient distillé.

548. — *Recherche et dosage de l'acide nitreux.*

a) Recherche. — On l'effectue à l'aide d'une solution fraîchement préparée d'iodure de potassium et d'amidon, que l'on ajoute à l'eau acidulée par l'acide sulfurique ; on essaie en même temps, à titre de comparaison, l'action du réactif

sur de l'eau distillée pure et sur de l'eau renfermant un sel nitreux.

b) Dosage. — On l'effectue par voie colorimétrique, en appliquant la méthode basée sur l'emploi d'un mélange de α-naphtylamine et d'acide sulfanilique.

On prépare ce réactif comme suit : on fait bouillir pendant quinze minutes une dissolution de 0,1 gr. de α-naphtylamine dans 100 cc. d'eau ; on ajoute alors à ce liquide 5 cc. d'acide acétique glacial et une solution composée de 1 gr. d'acide sulfanilique dans 100 cc. d'eau. On conserve ce mélange dans un flacon jaune bien bouché.

On prend 1 cc. de ce liquide, que l'on ajoute à 50 cc. de l'eau à examiner, préalablement aiguisée d'acide sulfurique, et l'on détermine sa teneur en acide nitreux d'après l'intensité de la coloration rouge qui se produit. A cet effet, on compare la teinte qui s'est formée avec celle que l'on obtient par l'action du réactif sur des solutions renfermant des quantités connues d'acide nitreux.

On obtient ces solutions titrées à l'aide d'une solution normale de nitrite de soude, laquelle doit renfermer, sous forme d'acide nitrosylsulfurique, 0,01 milligr. d'anhydride nitreux (N_2O_3) par cc. Cette solution se prépare en dissolvant 1,815 gr. de nitrite de soude dans 100 cc. d'eau et en ajoutant ensuite 900 cc. d'acide sulfurique concentré pur; on obtient ainsi une première solution qui se conserve très bien et dont on mélange, lorsqu'on en a besoin, 10 cc. avec une quantité d'eau suffisante pour faire 1 litre de solution normale.

Pour faire l'essai comparatif, on place côte à côte plusieurs éprouvettes à pied. Dans l'une on met 50 cc. de l'eau à examiner et dans chacune des autres 50 cc. d'eau distillée renfermant 0,1, 0,2, 0,3, etc., jusqu'à 2 cc. de solution normale d'acide nitreux. On ajoute alors 1 cc. de réactif à chaque essai et l'on compare au bout de dix minutes les teintes qui se sont produites. Les eaux très chargées en nitrites devront être diluées proportionnellement.

Le résultat du dosage sera exprimé en anhydride nitreux.

549. — *Recherche et dosage de l'acide nitrique.*

a) Recherche. — Pour reconnaître si l'eau à examiner renferme une quantité quelque peu appréciable de nitrates, on emploiera une solution de 2 gr. de diphénylamine dans 1 litre d'acide sulfurique concentré et absolument exempt d'acide nitrique.

On met dans une capsule de porcelaine 5 cc. du réactif, auquel on ajoute 0,5 cc. de l'eau à analyser. La présence de nitrates dans l'eau se traduira par une coloration bleue plus ou moins foncée du mélange.

b) Dosage. — 1. Par l'indigo : le titre de la solution d'indigo doit être tel que 8 cc. de celle-ci correspondent à 1 milligr. d'anhydride nitrique (N_2O_5).

2. Par mesure du volume d'azote provenant de l'action de l'acide chlorhydrique et du chlorure ferreux sur les nitrates contenus dans l'eau.

3. Par dosage volumétrique de l'ammoniaque provenant de la réduction de l'acide nitrique.

4. Par détermination du volume d'azote obtenu dans le nitromètre.

550. — *Dosage du chlore.*

Par titration à l'aide d'une solution de nitrate d'argent, en se servant de chromate de potasse comme indicateur.

On introduit dans un flacon d'Erlenmeyer 100 cc. de l'eau à examiner, additionnée d'une goutte d'une solution de chromate de potasse à 10 p. c. On fait couler dans ce liquide autant de solution de chlorure d'argent qu'il en faut pour que le précipité blanc vire légèrement au brun. Pour mieux reconnaître le changement de couleur, on place le récipient sur un fond blanc à côté d'un autre flacon d'Erlenmeyer contenant 100 cc. d'eau distillée, également additionnée d'une goutte de chromate.

La solution de nitrate d'argent qui convient le mieux est

celle N/35,5, dont 1 cc. = 0,001 gr. de chlore (cette solution renferme 4,79 gr. de nitrate d'argent par litre).

Le nombre de cc. de solution argentique employés, multiplié par 10, donne en mgr. la quantité de chlore contenue dans l'eau.

551. — *Recherche et dosage des sulfates.*

a) *Recherche.* — On chauffe à l'ébullition 50 cc. d'eau acidifiée à l'aide d'acide chlorhydrique et on ajoute au liquide un excès d'une solution chaude de chlorure de baryum. Au bout de dix minutes, on observe le trouble qui a pu se produire dans la liqueur.

b) *Dosage.* — Par voie gravimétrique, on opérant sur une quantité d'eau d'au moins 100 cc. On doit, pour effectuer la précipitation du sulfate de baryum, avoir soin tout d'abord de chauffer à l'ébullition et séparément l'eau acidifiée et la solution de chlorure de baryum.

La teneur en sulfates doit être calculée à l'état d'anhydride sulfurique.

552. — *Recherche et dosage de l'oxyde de fer.*

a) *Recherche.* — A l'aide du ferrocyanure de potassium, dans le résidu de calcination, dissous dans l'acide chlorhydrique dilué.

b) *Dosage.* — Par voie colorimétrique, en comparant la coloration bleue qui se forme par l'addition de ferrocyanure de potassium ou la coloration rouge que produit le sulfocyanure de potassium dans des solutions ferriques de concentration connue, avec la teinte que donnent ces mêmes réactifs dans l'eau à examiner.

553. — *Recherche et dosage d'autres corps.*

L'hydrogène sulfuré, lorsque l'eau présente l'odeur de ce corps;

L'arsenic, le plomb, le cuivre, le zinc, dans les cas où la question de la présence de ces corps se pose;

La chaux et *la magnésie*, lorsqu'il s'agit d'analyser l'eau non seulement au point de vue hygiénique, mais encore au point de vue de sa valeur industrielle.

554. — *Détermination de la dureté.*

On détermine la dureté d'une eau en faisant le dosage du résidu de calcination et celui de l'alcalinité. Le résidu de calcination rapporté à 100,000 parties d'eau, correspond à la *dureté totale* en degrés français, Le degré d'alcalinité ou le nombre de gr. de carbonate de chaux contenus dans la même quantité d'eau (100,000 parties) indique la *dureté passagère*; enfin la différence entre la dureté et la dureté passagère donne la *dureté fixe* de l'eau.

555. — *Examen bactériologique.*

1. *Analyse quantitative* (*numération des germes*). — On détermine le nombre de colonies qui se développent sur un milieu de culture formé de gélatine au bouillon peptonisé.

La préparation de cette gélatine ne doit pas dater de plus de trois semaines.

Pour cette préparation, on fait macérer dans un litre d'eau, pendant douze heures, 500 gr. de viande de bœuf débarrassée de toute sa graisse et finement hachée, en ayant soin de conserver le mélange dans une glacière; on retire par expression le suc de viande, dans lequel on fait dissoudre en chauffant légèrement (ne pas dépasser 50°) 100 gr. de gélatine; on ajoute alors au liquide 10 gr. de peptone, 5 gr. de sel de cuisine et 2,5 gr. de carbonate de soude calciné; lorsque tout est dissous, on ajoute encore au liquide un blanc d'œuf délayé dans de l'eau. On fait cuire le tout pendant une heure à l'autoclave, puis pendant une heure à feu nu. On filtre la solution et l'on détermine par titration, sur 20 à 50 gr. de cette gélatine, com-

bien il faut ajouter de solution alcaline normale pour obtenir une coloration rose en présence de phénolphtaléine. On ajoute alors au reste de la gélatine la quantité d'alcali calculée pour l'amener au même état de neutralisation. On doit généralement, après cette opération, filtrer la solution une seconde fois sur le même filtre.

On peut à volonté faire la numération des colonies d'après l'ancien procédé de cultures sur plaques de Koch, ou en appliquant les modifications proposées par Cramer, Pétri ou Pétruschky.

On doit, afin d'éviter toute cause d'erreur, ensemencer en même temps au moins deux prises d'essai de chaque eau à analyser et faire avec chacun de ces essais deux cultures sur plaques, en boîtes ou en flacons. On doit maintenir les cultures à une température de 18 à 22° et à l'abri de l'action directe de la lumière; on continuera la numération des germes aussi longtemps que possible.

Le rapport d'analyse devra mentionner la durée des observations et le nombre des germes trouvés par cc. d'eau.

On indiquera également, si possible, le nombre des espèces de germes qui se sont développées.

(*A suivre.*)

EAUX POTABLES.

555bis. — *Examen bactériologique* (suite).

2. *Examen qualitatif*. — En général l'examen qualitatif bactériologique fait dans un laboratoire de chimie, doit se borner à la recherche des espèces de bactéries qui provoquent les phénomènes de la putréfaction ; on doit en particulier examiner l'eau au point de vue de la présence des bactéries qui se retrouvent constamment dans les matières fécales, le *bacterium coli commune* entr'autres.

Le meilleur procédé pour déceler avec certitude la présence ou l'absence du coli est le suivant :

Lorsque le bouillon nutritif phéniqué se trouble après avoir été ensemencé avec l'eau à analyser, on en prélève, au moyen d'une anse de platine, une petite quantité que l'on ensemence sur de l'agar en culture inclinée; on maintient l'agar à la température d'incubation et l'on fait avec cette culture quelques ensemencements par piqûres sur de l'agar sucré, afin de vérifier s'il se produit un dégagement gazeux. Si ces essais donnent un résultat négatif, on les recommence avec le bouillon nutritif phéniqué que l'on aura laissé de côté pendant 2 ou 3 jours. S'il ne se produit cette fois encore aucun dégagement gazeux, l'absence du batérium coli est démontrée. Dans le cas contraire, on vérifie la présence du coli par la constatation de ses caractères distinctifs.

On peut aussi suivre la méthode ci-après :

On prépare un bouillon de culture composé de 100 gr. d'eau dans laquelle on a fait dissoudre 2 gr. de peptone et 5 gr. de sucre de lait et que l'on acidifie faiblement à l'aide d'une petite quantité d'acide lactique. On ensemence une série de petits tubes renfermant ce milieu nutritif avec des quantités variables d'eau (par exemple 1, 10 et 20 gouttes) et l'on maintient ces cultures à 35°. Lorsque l'eau contient des coli, on constate qu'il se produit une fermentation active au bout de

12 à 24 heures. Cette fermentation devient particulièrement bien visible lorsque l'on agite légèrement le tube. S'il y a production d'un dégagement gazeux, il est permis de conclure à la présence du bacterium coli; dans ce cas on peut, si c'est nécessaire, l'isoler par des cultures sur plaques.

Lorsqu'il s'agit d'examiner des eaux très suspectes, on fera des essais de culture avec des dilutions permettant d'ensemencer 1/10 ou 1/100 de goutte d'eau.

USTENSILES DE TABLE ET DE CUISINE. MATÉRIEL POUR LE TRANSPORT ET LA CONSERVATION DES DENRÉES ALIMENTAIRES.

556. — Objets en étain ou étamés.

Parmi ceux-ci on peut citer les différentes parties des pressions à bière, les têtes et les tubes de siphons, les appareils à fabriquer les eaux gazeuses et tous les récipients employés dans la préparation des boissons, les robinets, les fermetures de bouteilles, les couvercles de verres à bière, les machines à faire les saucisses, les fermetures de biberons, etc.

Les objets en étain ou en alliages métalliques ne peuvent pas renfermer plus de 10 p. c. de plomb. Les ustensiles employés pour la consommation de la bière et du vin, les parties métalliques des siphons et des biberons ne peuvent pas contenir plus de 1 p. c. de plomb.

Les parties intérieures des vases étamés ou soudés à l'étain ou à l'un de ses alliages ne peuvent pas renfermer plus de 1 p. c. de plomb; ils ne peuvent pas davantage être soudés à l'aide d'une soudure contenant plus de 10 p. c. de plomb. La soudure des boîtes de conserves doit être appliquée sur leur partie extérieure.

557. — Récipients en zinc ou en fer galvanisé.

On ne peut pas employer de récipients en zinc ou en fer galvanisé pour les boissons et denrées.

Cette prescription ne s'applique cependant pas aux réservoir et aux conduites d'eau.

558. — VASES EN PLOMB OU ALLIAGES DE PLOMB.

L'usage de récipients fabriqués entièrement ou partiellement avec du plomb est interdit.

Comparez avec les prescriptions indiquées sous le nº 556.

559. — USTENSILES EN CUIVRE OU ALLIAGES DE CUIVRE.

L'étamage de ceux-ci est recommandé. Cette dernière opération est indispensable pour les pressions à bière, les machines à faire les saucisses et les appareils pour la fabrication des eaux gazeuses.

560. — USTENSILES EN MÉTAUX DIVERS.

L'emploi des vases en aluminium ou en alliages d'aluminium n'est pas considéré comme pouvant être nuisible à la santé.

L'emploi des objets d'usage domestique en nickel ou en alliages de nickel est également considéré comme inoffensif.

L'usage d'ustensiles en métaux précieux (argent, or, platine) et alliages de métaux précieux n'est pas nuisible si le métal est à un titre élevé. Quant aux soudures, les mêmes prescriptions que celles indiquées au nº 556 leur sont applicables.

561. — POTERIES VERNISSÉES OU ÉMAILLÉES.

On comprend sous les noms d'émail et de vernis des mélanges fusibles destinés à recouvrir la surface d'ustensiles métalliques ou en terre; ces vernis ou couvertes fondent sous l'action de la cuisson en formant une couche imperméable opaque, blanche ou colorée; ces enduits vitrifiés ne doivent

pas être fendillés, ni s'écailler, ni abandonner du plomb sous l'action de l'acide acétique à 4 p. c., à l'ébullition, pendant 1/2 heure.

562. — Ustensiles en pierre.

Dans cette catégorie sont aussi comprises les meules destinées à la mouture des substances alimentaires.

Les ustensiles de ce genre ne peuvent pas être garnis de plomb ou d'une autre substance nuisible.

563. — Ustensiles en verre.

Le nettoyage des objets en verre ne peut pas être effectué à l'aide de substances qui laissent dans les récipients des débris ou particules nuisibles à la santé (grenaille de plomb).

564. — Ustensiles en bois, en papier, papier maché, celluloïd, corne, ivoire, os et cuir ou autres matières analogues (écuelles, vases à lait, seaux, baquets, cuves, etc.).

Ces objets ne peuvent pas être imprégnés ou revêtus de substances nuisibles à la santé.

565. — Ustensiles en caoutchouc ou autres substances analogues.

Ces ustensiles ne peuvent pas renfermer plus de 1 p. c. de plomb. Les objets tels que tétines pour biberons, tire-lait, gobelets de poche, anneaux obturateurs pour flacons de conserves, tuyaux pour la bière, le vin et le vinaigre ne peuvent pas être fabriqués avec du caoutchouc contenant du plomb ou du zinc. Ils ne peuvent pas céder de ces métaux à une solution d'acide acétique à 8 p. c. à l'ébullition pendant 1/2 heure.

MATÉRIEL D'EMBALLAGE.

566. — MATÉRIEL EN MÉTAL OU EN ALLIAGES, FEUILLES D'ÉTAIN, CAPSULES POUR BOUTEILLES, BOITES DE CONSERVES.

La teneur en plomb des parties des enveloppes en contact avec les produits alimentaires ne peut pas être supérieure à 1 p. c. Cependant, par exception, les soudures peuvent renfermer jusqu'à 10 p. c. de plomb.

567. — MATÉRIEL EN POTERIE OU EN VERRE, FLACONS ET POTS POUR LES CONSERVES.

Les matériaux d'emballage de cette nature doivent répondre aux mêmes exigences que celles indiquées pour les ustensiles de table et de cuisine.

568. — MATÉRIEL D'ORIGINE VÉGÉTALE OU ANIMALE : BOIS, PAPIER, PATE DE PAPIER, CAOUTCHOUC, PAILLE, TEXTILES, TISSUS, BOYAUX, PARCHEMIN, CORNE.

Les emballages et enveloppes de ce genre ne peuvent pas être teints avec des couleurs dangereuses, ni être vernis, imprégnés ou mélangés avec des substances nuisibles à la santé.

En particulier, l'emploi de papier renfermant du plomb ou de l'arsenic ne peut pas être toléré.

On ne peut pas employer de la maculature pour envelopper la viande, les charcuteries, les graisses comestibles, le fromage, etc.

J.-B. A.

MÉTHODES SUIVIES EN AUTRICHE.

Extraits des « **Entwürfe für den Codex alimentarius Austriacus**, ausgearbeitet von der Freien Vereinigung österr. Nahrungsmittel-Chemiker und Mikroskopiker », publiés de 1894 à 1901 par le « *Zeitschrift für Nahrungsmittel-Untersuchung, Hygiene und Waarenkunde* » (1).

Voici les noms des rapporteurs de la Commission, ainsi que les dates des rapports :

Fleisch und Fleischwaaren : Amtsthierarzt A. Postolka (1897);

Milch : Hofrath E. Meissl und A. Devarda (1899);

Käse : Adjunkt A. Devarda (1896);

Butter : Dr M. Mansfeld (1898);

Speiseöle und Speisefette : Prof. R. Benedikt und Prof. J. Wolfbauer (1896);

Getreide : Dr Th.-R. v. Weinzierl (1896);

Mehl, die anderen Mahlproducte, Stärke : Hofrath Prof. Dr A. v. Vogl (1898);

Brot und Backwaren : Dr W. Bersch (1895);

Gemüse : Hofrath Prof. Dr A. v. Vogl und Dr T.-F. Hanausek (1898);

Die gewönlichen essbaren Pilze : Hofrath Prof. Dr A. v. Vogl (1899);

Obst : Hofrath Prof. Dr A. v. Vogl und Dr T.-F. Hanausek (1897);

Gewürze : dieselben (1896);

Thee : Prof. Dr T.-F. Hanausek (1895);

Kaffee : Dr K. Kornauth (1895);

Kaffee-Surrogate : derselbe (1895);

Cacaobohnen und Cacaofabricate : Adjunkt Reitmair (1895);

Zuckerarten : Reg. R. F. Strohmer (1895);

Honig : Dr M. Mansfeld (1894);

Conditorwaaren : Reg. R. F. Strohmer (1897);

Traubenmoste und Fruchtsäfte : Adjunkt Dr B. Haas (1894);

Weine : Hofrath Prof. Dr L. Rösler (1901);

Bier : Hofrath Prof. Schwackhöfer (1894);

Sprit, Spiritueusen : Dr von Lorenz (1898);

Essig : derselbe (1898);

Gebrauchsgegenstände : Dr G. Schacherl (1897).

---

(1) Ces documents nous ont été très obligeamment communiqués par M. le Dr Mansfeld et le secrétaire de la Commission, M. le Dr Heger.

FLEISCH UND FLEISCHWAAREN.

569. — Unter *Fleisch im weiteren Sinne* des Wortes versteht man alle geniessbaren Theile der zur menschlichen Nahrung dienenden Thiere.

Unter *Fleisch im engeren Sinne* des Wortes versteht man die Skelettmuskulatur der zur menschlichen Nahrung dienenden Thiere im Zusammenhange mit den ihr natürlich anhaftenden Geweben (Bindegewebe, Knochen, Knorpeln, Sehnen, Fett, etc).

570. — Hinsichtlich der Beschaffenheit unterscheidet man :

1. Das vollwerthige Fleisch;
2 Das minderwerthige, veränderte und bedingt gesundheitsschädliche Fleisch;
3. Das zum menschlichen Genusse untaugliche Fleisch;
4. Das unbedingt gesundheitsschädliche Fleisch;
5. Das verfälschte und nachgemachte Fleisch;
6. Das Fleisch von Thieren, welche mit gesetzlich als Thierseuchen bezeichneten Krankheiten behaftet sind.

Minderwerthig ist das Fleisch jener schlachtbaren Hausthiere, welche den Bedingungen des Punktes 1 (Vollwerthigkeit) nicht entsprechen, ohne ungeniessbar oder gesundheitsschädlich zu sein.

Verändert ist das Fleisch, wenn es — ohne deshalb als Nahrungsmittel ungeeignet zu zein — anomale Eigenschaften besitzt, wobei es gleichgiltig ist, ob dieselben für den Käufer wahrnehmbar sind oder nicht.

Bedingt gesundheitsschädlich ist jenes Fleisch, welches im rohen Zustande die Gesundheit des Consumenten zu gefährden geeignet ist, jedoch unter der Einwirkung bestimmter Hitzegrade gesundheitsunschädlich gemacht (sterilisirt) werden kann.

Unter *Verfälschen* des Fleisches versteht man die absicht-

liche Zubereitung von Fleisch auf derartige Weise, dass es diejenigen Eigenschaften, welche man von ihm nach seiner Benennung oder seinem Aussehen im reellen Verkehre mit Recht und nach der Ortsüblichkeit erwarten muss, nicht besitzt, ob dies nun durch substanzielle Veränderung oder durch Versehen mit dem Scheine einer besseren Beschaffenheit geschieht, wenn die Absicht vorlag, das so beschaffene Object in den Handelsverkehr zu bringen.

Beispiele : Färbung der Fischkiemen und des Hackfleisches, das Feilhalten von abgezogenen Katzen ohne Kopf, Schweif und Füsse als Hasen, das Feilhalten von Schweinen, welche gehetzt und geschossen wurden, als Wildschweine, von Kaninchenfleisch statt Hasenfleisch, von Pferdefleisch statt Rindfleisch, von Ziegenfleisch statt Schaffleisch, von Schaffleisch statt Rehfleisch, von Hundefleisch statt Schweinefleisch.

Unter *Nachmachen* versteht man im Allgemeinen die Herstellung eines Productes in der Weise und zu dem Zwecke, dass es durch das Aussehen ein anderes Product vortäuscht, als es in Wirklichkeit ist.

571. — Unter *Fleischwaaren* versteht man alle aus dem Fleische durch irgend welche Zubereitungen gewonnenen Producte, insoferne dieselben zum Genusse des Menschen dienen und zu diesem Zwecke in den Verkehr gebracht werden.

Die Fleischwaaren zerfallen in :

1. Das gepöckelte, geräucherte und getrocknete Fleisch ;
2. Das Hackfleisch ;
3. Die Würste.

572. — Die Fleischwaaren sind nach den ihnen handelsüblich zukommenden Benennungen, Pferdefleischwaaren speciell, als solche zu declariren.

Bisher vorgekommene Verfälschungen sind : die Verwendung von verändertem Fleische zur Erzeugung von Fleischwaaren, von Hundefleisch zu Würsten, ferner von Pferdefleisch

zu Würsten, wenn deren Verkauf nicht unter der Declaration « Pferdewürste » erfolgte, die Verwendung von denaturirtem Salz, von gesundheitsschädlichen Conservirungsmitteln, der Zusatz von Farbstoffen, die Verwendung von Hauttheilen der Pferde, Rinder, Schafe und Ziegen, von ungenügend gereinigten Därmen als Hülle, die Beimengung von Fötenfleisch, von grossen Mehlquantitäten, wenn erwiesen war, dass das Mehl nicht als Bindemittel, sondern als gewinnbringendes Surrogat verwendet worden ist.

Aus hygienischen Rücksichten empfiehlt es sich für den Salpeterzusatz zum Pöckelsalze ein maximales Procentverhältniss festzusetzen.

Mit Rücksicht auf die Schwierigkeit der Sanitätscontrole des Hackfleisches empfiehlt es sich, für dasselbe besonders strenge Bestimmungen zu erlassen. Jedenfalls sind Zusätze irgend welcher Art zum Hackfleische zu verbieten.

Zur Erzeugung des Wurstbreies finden Ingredienzien verschiedenster Art Verwendung. Deren Auswahl sowie ihr Verhältniss zu einander ist sehr verschieden, weshalb es nicht möglich ist, allgemein gültige Bereitungsnormen festzustellen.

573. — *Nachweis der thierische Parasiten.* — Ist theils der mikroskopische Befund nothwendig, theils die makroskopische Untersuchung genügend.

Zu den durch den Fleischgenuss auf den Menschen übertragbaren Parasiten gehören : die Finnen (Cysticercus cellulosae, Cysticercus inermis und die Vorstufe des Botriocephalus latus) und die Trichina spiralis.

574. — *Nachweis von Fäulnissproducten.* — Mittelst der Eber'schen Fäulnissprobe.

Auf die Fäulniss-Alkaloide (Ptomaine, Wurstgift) wird nur in speciellen Fällen zu prüfen sein, in welchen der begründete Verdacht einer Fleischvergiftung vorliegt. Der Nachweis der Ptomaine ist noch ein ziemlich unsicherer. Der Gang der Untersuchung erfolgt nach « Dragendorff, Ausmittlung der Gifte » oder nach Baumann und Hoppe-Seyler (Vereinbarun-

gen zur Untersuchung von Nahrungs- und Genussmittel für das Deutsche Reich.

Bei Miesmuscheln empfiehlt sich auch die Prüfung auf Mytilotoxin nach den genannten Vereinbarungen.

575. — *Nachweis von Pferdefleisch.* — Zur Vorprüfung eignet sich das Verfahren von Bräutigam und Edelmann.

Eine quantitative Abscheidung des Glykogens geführt werden kann, entweder nach dem Verfahren von R. Külz und E. Brücke, oder nach dem Verfahren von Niebel-Salkowsky, oder einfacher nach dem Mayerhoferschen Verfahren der Stärkebestimmung.

576. — *Bestimmung des Mehlzusatzes in Wurstwaaren.* — Qualitative Vorprüfung durch Betupfen der möglichst glatten Schnittfläche mit Jodlösung.

Die quantitative Bestimmung erfolgt entweder in der getrockneten und entfetteten Probe nach einer der bekannten Stärkebestimmungsmethoden oder einfacher nach dem Verfahren von Mayerhofer.

577. — *Prüfung auf Conservirungsmittel.* — a) *Borsäure:* Einfachster Nachweis im Verbrennungsrückstande durch Befeuchten mit conc. Schwefelsäure und Methylalcohol. Der letztere brennt mit grüner Flamme.

b) *Schweflige Säure* : Nach Kämmerer mittelst Kaliumjodatstärkepapier und conc. Schwefelsäure (Blaufärbung).

c) *Fluorverbindungen :* Nach der bekannten Aetzmethode.

d) *Salicylsäure* und *Formaldehyd :* Nach den « Vereinbarungen zur Untersuchung der Nahrungsmittel für das Deutsche Reich ».

578. — *Nachweis der künstlichen Färbung.* — Der Nachweis der Theerfarbstoffe geschieht in dem alcoholischen Auszuge, welcher bei ungefärbtem Fleische farblos ist.

Carmin wird besser durch verdünntes Ammoniak gelöst.

Ausserdem kann die künstliche Färbung auch mikroskopisch nachgewiesen werden.

579. — *Bestimmung des Wassergehaltes.* — Bei Fleischwaaren (Würsten).

MILCH.

580. — Die *Milch* ist das normale Secret der gesunden Milchdrüsen der weiblichen Säugethiere, welches nach dem Aufhören der Colostrumbildug, während einer längeren oder kürzeren Periode (Lactationsperiode) nach dem Geburtsacte, abgesondert wird.

Das *Colostrum* (Colostrummilch) ist das kurze Zeit vor und nach dem Geburtsacte abgeschiedene Secret der Milchdrüsen.

581. — *Veränderungen* der Milch bestehen in Aufrahmen, Sauerwerden und Gerinnen.

Milchfehler und *Milchkrankheiten* kommen vielfach vor und bestehen in Abnormitäten in Farbe, Geruch, Geschmack, Consistenz, Zusammensetzung, sowie im Verhalten der Milch beim Aufrahmen, Verkäsen und Kochen, dann im raschen Säuern, Gähren und Faulen.

Einige derselben sind bereits beim Ausmelken vollständig entwickelt (z. B. sandige, salzige, griesige, bittere, blutige, wässerige Milch), während andere erst später, mehr oder weniger lange nach dem Melken, oft auch erst an den Milcherzeugnissen hervortreten (blaue, rothe, braune, fadenziehende, käsige, seifige, gährende, faulige, manche bittere und schleimige Milch).

Letztere Fehler sind gewöhnlich durch Mikroorganismen hervorgerufen und zumeist ansteckend für gesunde Milch.

Auch giftige Milch kommt vor, in Folge von Aufnahme von giftigen Pflanzenstoffen, Medicamenten und Bildung von Ptomaïnen.

Ferner kann auch die Milch durch das Vorhandensein

krankheitserregender Bacterien als Träger ansteckender Krankheiten schädlich sein.

Zusätze werden der Milch fast ausschliesslich nur zum Zwecke der Volumvermehrung oder behufs längerer Conservirung gemacht. Anderweitige Beimengungen, wie z. B. Mehl, Kalbshirn, Gyps, Kreide, welche zu Täuschungen über die Qualität führen können, kommen, wenn überhaupt, nur äusserst selten vor.

Jeder Zusatz fremder Stoffe ist unzulässig und als Verfälschung anzusehen.

582. — *Beurtheilung der Kuhmilch.* — Die Grenzen. innerhalb welcher die wichtigsten Bestandtheile der Milch, das Fett und die Trockensubstanz, schwanken, sind für ersteres mit 2.5 bis 4.5 p.c., für letztere mit 10.3 bis 14.7 p.c. festzustellen.

Die Menge der stickstoffhaltigen Substanzen bewegt sich zwischen 3 und 5.5 p. c. und jene der fettfreien Trockensubstanz zwischen 8 und 10 p. c.

Der Fettgehalt der Trockensubstanz sinkt nie unter 20 p. c.

Milchzucker und Mineralstoffe kommen stets in constanteren Mengen vor.

Verhältnismässig geringen Schwankungen ist auch das specifische Gewicht der Milch unterworfen. Dasselbe beträgt im Mittel 1.0315 bei 15° und bewegt sich innerhalb 1.029 und 1.0335. Obwohl in äusserst seltenen Fällen und nur bei Milch einzelner Kühe auch ein niedrigeres oder höheres specifisches Gewicht vorkommen kann, so ist doch jede derartige Milch unbedingt als verdächtig zu bezeichnen und näherer Prüfung zuzuführen.

Einen Anhaltspunkt für die Beurtheilung der Milch bietet auch das specifische Gewicht der Trockensubstanz, welches den Werth 1.4 nur in den seltensten Fällen überschreitet und im Mittel sich auf 1.335 beläuft.

Etwas günstiger stellt sich das gegenseitige Verhältnis der Einzelbestandtheile, indem dasselbe viel constanter ist, als die absolute Menge derselben in der Milch. Insbesondere das

Verhältnis von Fett zu Proteïn bildet ein brauchbares Hilfsmittel zur Erkennung einer Entrahmung. In Milch von mittlerer Zusammensetzung ist das Verhältnis von Fett : Gesammt-Eiweissstoffe (Proteïn) = 85 : 100 ; sinkt dasselbe unter 80 : 100, dann darf man ziemlich sicher auf eine Entziehung von Fett schliessen.

Die Schwankungen in der Zusammensetzung sind stets viel grösser in der Milch einzelner Kühe, als in der Mischmilch vieler Kühe, die nur sehr selten weit von den mittleren abweichende Zahlen ergibt. Für die Beurtheilung einer Milch ist es deshalb immer sehr wichtig, zu wissen, ob die untersuchte von einer, oder wenigen, oder von vielen (mehr als sechs) Kühen stammt.

Ausserdem wird die Beurtheilung wesentlich erleichtert und lassen sich namentlich die Grenzen für die Zusammensetzung unverfälschter Milch bedeutend enger ziehen, wenn die mittlere Zusammensetzung und die Abweichungen von derselben für die Milch jener Gegend bekannt sind, aus welcher die fragliche stammt. Die landesübliche Kuhhaltung, Rasse, Fütterung u. s. w. beeinflussen die Zusammensetzung der Milch in ganz bedeutendem Maasse, so zwar, dass eine Milch, die nach ihrem Gehalte an einem Orte unbedingt schon als verfälscht angesehen werden muss, in einer anderen Gegend nicht beanständet werden kann.

Zur Entdeckung einer Milchverfälschung durch Wasserzusatz, durch Entrahmung oder beides zugleich, leistet häufig auch die Bestimmung des specifischen Gewichtes der ganzen und der daraus hervorgegangenen abgerahmten Milch recht gute Dienste. (Siehe n° 600.)

Auch die Untersuchung des Milchserums ist häufig, namentlich bei bereits geronnener Milch, von hohem Werthe für die Erkennung eines Wasserzusatzes. Das specifische Gewicht des Serums normaler Milch beträgt 1.0265—1.0317, im Mittel 1.028, der Trockensubstanzgehalt 6.3—7.5 p. c., der Fettgehalt 0.22—0.28 p. c.

Herrschen Zweifel darüber, ob die Beurtheilung einer auf eine oder die andere Art geprüften Milch zutreffend ist, und

dies wird namentlich dann leicht der Fall sein, wenn Milch einzelner oder weniger Kühe vorliegt, bei welcher immer grössere Schwankungen in der Zusammensetzung vorkommen, als bei Mischmilch vieler Kühe, so bleibt als letztes Auskunftsmittel, um Klarheit über die Beschaffenheit der Milch zu erlangen, nur die Anstellung der Stallprobe übrig. Bei Milch von mehreren Kühen dürfen sich beidemale nur unwesentliche Differenzen ergeben, die beim specifischen Gewicht zwei Tausendstel, beim Fett 0.5 p. c. und bei der Trockensubstanz 1 p. c. nicht übersteigen sollen. Bei Milch einzelner Kühe übersteigen, allerdings nur in seltenen Fällen, diese Differenzen wesentlich die angegebenen.

Milch, welche bereits so sauer geworden ist, dass sie beim Aufkochen gerinnt, ist ebenfalls nicht mehr als normal zu betrachten.

Ausser der direct verfälschten Milch ist ja auch alle jene Milch vom Verkehre unbedingt auszuschliessen, welche erheblichere Mengen von Colostrum enthält, Milchfehler oder Milchkrankheiten aufweist, ferner solche, die unrein behandelt oder verunreinigt wurde oder der Inficirung mit pathogenen Keimen verdächtig ist, dann die Milch von kranken Thieren, die mit Arzneimitteln behandelt werden und endlich die von fiebernden oder an chronischen Krankheiten leidenden Kühen.

Der Grad der Fälschung (Wasserzusatz oder Fettentzug) lässt sich nur annähernd durch die Stallprobe berechnen, u. zw. am besten nach folgenden von J. Herz aufgestellten Formeln:

a) Bei gewässerter Milch:

$$w = \frac{100\,(r_1 - r_2)}{r_1}$$

$$v = \frac{100\,(r_1 - r_2)}{r_2}$$

b) Bei stattgehabter Entrahmung:

$$\varphi = f_1 - f_2 + \frac{f_2\,(f_1 - f_2)}{100}$$

c) Bei gleichzeitiger Wässerung und Entrahmung :

$$\varphi = f_1 - \frac{\left[\frac{100 - (U f_1 - 100 f_2)}{U}\right]\left[f_1 - \frac{U f_1 - 100 f_2}{U}\right]}{100}.$$

In diesen Formeln bedeutet :

w = das in 100 Th. gewässerter Milch enthaltene zugesetzte Wasser.

v = das zu 100 Th. reiner Milch zugesetzte Wasser.

φ = das von 100 Th. reiner Milch durch Entrahmung hinweggenommene Fett.

r = den Gehalt der Milch an fettfreier Trockensubstanz.

f = den Fettgehalt der Milch.

U = 100 — w = die in 100 Th. gewässerter Milch enthaltene Menge ursprünglich ungewässerter Milch.

Die mit dem Index 1 bezeichneten Grössen beziehen sich auf die Stallprobenmilch; die mit dem Index 2, auf die verdächtige Milch.

583. — *Probenahme.* — Milchproben, die einige Zeit aufbewahrt werden sollen, sind in Eis zu stellen, eventuell durch Zusatz von Kaliumdichromat (1 gr. pro Liter) oder Formalin (0.1 p. c. der Milch) zu conserviren. In letzterem Falle ist, um jeder Verwechslung vorzubeugen, die Milchprobe mit Fuchsin zu färben und die Qualität und Quantität des angewendeten Conservirungsmittels auf der Flasche ersichtlich zu machen. Auf diese Zusätze ist selbstverständlich bei der Untersuchung Rücksicht zu nehmen. Zur Fettbestimmung nach der üblichen Methode eignet sich die mit Formalin conservirte Milch ohneweiters.

Durch Säuerung geronnene Milchproben lassen sich durch Zusatz von wenige Tropfen Ammoniakflüssigkeit (bis zu 1 c.c. pro Liter Milch) oder nach dem Verfahren Eckenberg & Weibull wieder in eine homogene, zur Entnahme von Theilproben geeignete Masse verwandeln.

584. — *Specifisches Gewicht.*— Dasselbe ist mit dem Pyknómeter oder einem geeigneten gläsernen Aräometer (Lactodensimeter), z. B. Soxhlet's Senkwage, zu bestimmen und auf 15° C. zu beziehen. Das specifische Gewicht darf nicht unmittelbar nach dem Melken und Abkühlen, sondern erst einige Stunden später erhoben werden, weil es sonst zu gering ausfällt.

585. — *Reaction.* — Auf diese ist qualitativ mit sehr empfindlichem violetten Lackmuspapier, quantitativ (« Säuregrad » nach Soxhlet-Henkel) durch Titration mit Viertelnormallauge unter Anwendung von Phenolphtalein als Indicator zu prüfen.

Unter Aciditäts- oder Säuregrad versteht man die Anzahl Cubikcentimeter Viertelnormallauge, welche zur Neutralisation von 100 cc. Milch erforderlich sind. Frische Milch beansprucht 2—4, Milch die beim Kochen gerinnt sättigt 5.5—6.5, Milch unmittelbar vor dem freiwilligen Gerinnen 15—16 cc. Viertelnormallauge pro 50 gr. Milch ab.

Für geringe Säuerungsgrade ist übrigens der Geruchs- und Geschmackssinn häufig empfindlicher als Reagenspapier.

586. — *Trockensubstanz.* — Durch Eindampfen der Milch mit einem geeigneten Aufsaugungsmittel, z. B. Quarzsand und Trocknen bei 105° C. Diese Bestimmung kann auch mit dem Adams'schen Verfahren der Fettbestimmung verbunden werden.

Für viele praktische Zwecke genügt es, die Trockensubstanz aus dem specifischen Gewichte und dem Fettgehalte nach der Formel von W. Fleischmann zu berechnen. Diese Resultate, die auch zur Controle der quantitativen Trockensubstanz-Bestimmung dienen können, sind auf 0.1 bis 0.3 p. c. genau.

$$t = 1.2\,f + 2.665 \times \frac{100s - 100}{s},$$

wobei t = Trockensubstanz

f = Fett und

s = specifisches Gewicht bedeuten.

Aus dem spec. Gewichte (s) und dem Trockensubstanzgehalte (t) der Milch berechnet sich das *spec. Gewicht der Trockensubstanz* (m) nach der Formel

$$m = \frac{ts}{ts - 100s + 100}$$

587. — *Fett.* — Am genauesten und verlässlichsten ist die gewichtsanalytische Bestimmung des Fettes durch Extraction der mit einem geeigneten Aufsaugungsmittel eingetrockneten Milch mittels wasserfreien Aethers und ebenso die verbesserte Methode von Adams.

Sehr genaue, der gewichtsanalytischen Bestimmung gleich oder doch sehr nahe kommende Resultate ergibt auch die Fettbestimmung nach der aräometrischen Methode von Soxhlet.

Auch die Centrifugal-Methoden von Gerber, Babcock u. a. sind für technische Untersuchungen sehr geeignet.

588. — *Gesammteiweissstoffe.* — *a*) Methode von Ritthausen; *b*) Gesammt-Stickstoff nach Kjeldahl mit dem Factor 6.37 multiplicird.

Ueber die Trennungsmethoden der einzelnen Eiweissstoffe, siehe König : « Chemie der Nahrungsmittel ».

589. — *Milchzucker.* — Mittels Fehling'scher Lösung nach Soxhlet, polarimetrisch, oder jodometrisch.

590. — *Asche.* — Die Bestimmung derselben erfolgt durch Eindampfen der mit Essigsäure coagulirten Milch und Verbrennen.

Die Asche zeigt eine bleibende schwach alkalische Reaction.

591. — *Wasser* oder *abgerahmter Milch.* — Dieser Zusatz lässt sich mit einiger Sicherheit nur indirect durch Ermittlung einzelner oder mehrerer Bestandtheile und Eigen-

schaften der Milch nachweisen. (Siehe unter Beurtheilung der Milch.)

Salpetersäure. — Als bestätigendes Verdachtsmoment für einen Wasserzusatz kann unter Umständen der Nachweis von Salpetersäure mittels der Diphenylamin-Reaction dienen.

592. — *Salicylsäure.* — Durch Ausschütteln des Milchserums mit Aether.

593. — *Benzoësäure, Borsäure und Borax.* — Nach Meissl.

Ein Schluss auf die Menge der Borsäure oder des Borax lässt sich aus der Aschenmenge der Milch ziehen. Normale Milch enthält äusserst selten erheblich mehr als 0.75 p. c. Asche.

594. — *Soda, Natriumbicarbonat, Potasche.* — Sie sind in der Asche nachzuweisen.

Der filtrirte wässerige Auszug der Asche einer sodahältigen Milch reagirt stets alkalisch und färbt das Lackmuspapier dauernd blau.

Aus dem Kohlensäuregehalte der Asche lässt sich ebenfalls auf Sodazusatz schliessen. Normale Milchasche enthält 1.5—2 p. c., die Soda dagegen 41.2 p. c. Kohlensäure.

Grössere Mengen von Soda geben sich auch durch Erhöhung des Aschegehaltes der Milch zu erkennen.

Analoges gilt von Potasche.

595. — *Ammoniak und kohlensaures Ammon.* — Sie werden am besten mit Nesslerschem Reagenz nachgewiesen. Jedenfalls muss dabei wohl berücksichtigt werden, dass auch die reine Milch Spuren von Ammoniak enthält.

596. — *Formaldehyd.* — Von 100 cc. Milch werden circa 20 cc. abdestillirt und im Destillat mit dem Silber-Fuchsin-Nesslerschen und Peptonreagenz das Formaldehyd nachgewiesen.

597. — *Farbstoffe.* — Dieser Zusatz kommt nicht oft vor. Relativ am häufigsten findet eine Gelbfärbung der entrahmten Milch mit Orleanfarbstoff statt. Diesen weist man im filtrirten, eingedampften Milchserum nach.

Andere Farbstoffe, die aber selten verwendet werden, sucht man gleichfalls im eingeengten Serum oder im alkoholischen Extracte desselben auf.

598. — *Gekochte und ungekochte Milch.* — Frische, ungekochte Milch färbt sich mit Guajactinctur sofort oder nach wenigen Secunden blau, während Milch, die auf wenigstens 80° C. erwärmt war, ungefärbt bleibt.

Auch in der Weise gelingt der Nachweis, dass man die Milch freiwillig gerinnen lässt und das klar filtrirte Serum zum Kochen erhitzt. Gekochte, bezw. bei hoher Temperatur sterilisirte Milch bleibt klar, ungekochte Milch gibt eine starke Ausscheidung von Albumin.

Der sichere Nachweis, ob eine Milch wenigstens bei 80° C. pasteurisirt wurde, lässt sich am besten nach dem Storch'schen Verfahren ermitteln.

Rahm, Magermilch, Buttermilch und Molke.

599. — Der *Rahm* (Obers, Sahne, Schmetten) ist eine an Milchfett angereicherte Milch und entsteht durch die Trennung der Milch in einen fettreicheren (Rahm) und fettärmeren Theil (Magermilch).

Der Fettgehalt des Rahmes welcher dessen Handelswerth bestimmt, schwankt je nach der Qualität zwischen 6 und 50 p. c.

600. — Die *Magermilch* (abgenommene, abgerahmte Milch) ist eine an Milchfett ärmere Milch als die Vollmilch, welche aus letzterer durch Entziehung von Fett durch Entrahmen oder Centrifugiren entstanden ist.

Der Fettgehalt der Magermilch schwankt zwischen 0.2 bis

2.5 p. c. bei jener nach dem Sattenverfahren, und zwischen 0.1—0.5 p. c. bei der nach dem Centrifugalverfahren gewonnenen.

Das specifische Gewicht der Magermilch schwankt je nach dem Fettgehalte zwischen 1.032 bis 1.037 und ist stets um 0.002 bis 0.005 höher als das der zugehörigen Vollmilch.

601. — Die *Buttermilch* ist die beim Ausscheiden des Fettes durch Verbuttern von Rahm oder Milch im Butterfasse verbleibende Flüssigkeit.

602. — Die *Molke* ist die von der Milch nach der Ausscheidung des Caseïns und Fettes eventuell auch des Albumins verbleibendesüsse oder saure Flüssigkeit. Süsse Molke erhält man Mittels des Labfermentes, saure durch freiwillig oder auf Zusatz von Säuren erfolgtes Gerinnen der Milch. Findet dabei ein Aufkochen statt, so wird auch das Albumin ausgeschieden.

KÄSE.

603. — *Definition.* — Unter Käse versteht man das aus Rahm, Milch (Voll-, Mager-, Butter-Milch), sowie aus Molken durch Zusatz von Fermenten oder durch entsprechende Säuerung ausgeschiedene Coagulum (Bruch, Quarg), welches durch zweckmässige mechanische Operationen als mehr oder weniger feste Masse erhalten wird und entweder im frischen Zustande oder gewöhnlich nach einem geregelten Gährprocess (Reifung) zum Genusse dient.

604. — *Erlaubte Zusätze.* — Ausser jenen gewöhnlichen Zusätzen, die bei den meisten Käsesorten vorkommen, wie z. B. Kochsalz, unschädliche Farbstoffe, gibt es noch eine ganze Reihe anderer Substanzen, die bei der Bereitung einzelner bestimmter Käsesorten eine wichtige Rolle spielen, weil durch solche Zusätze jene charakteristischen Eigenschaften

hervorgerufen werden, durch welche manche Käsesorte ausgezeichnet sein soll.

Die Menge des Kochsalzes, die dem Käse entweder bei der Bearbeitung des Bruches oder später während der Reifung einverleibt wird, beträgt im Durchschnitte 2 bis 3 p. c. mit Schwankungen von 1 bis 5 p. c. Bei Sauermilchkäsen kann der Kochsalzgehalt bis zu 13 p. c. steigen.

Zum Färben der Käse wird gewöhnlich Safran, Anatto (Orleans), für den Edamer Käse zur Rothfärbung der Rinde Tournesol (Croton tinctorium) oder eine ammoniakalische Carminlösung angewendet.

Zum Grünfärben werden verschiedene, mit Milch bereitete Pflanzenextracte, wie z. B. aus Salbei (Salway-Käse), Petersilie benützt.

Bei manchen Käsesorten, z. B. beim Roquefort, wird ein bestimmter Reifungsprocess hervorgerufen, dadurch, dass der Käsemasse gewisse Schimmelpilze (Beimengungen von getrocknetem verschimmelten Brod aus Weizen- und Gerstenmehl) zugesetzt werden.

Auch allerlei Zusätze werden den verschiedenen Käsesorten beigemengt, wie z. B. Pfeffer, Gewürznelken, gewöhnlicher Kümmel, römischer Kümmel, gepulverte Blätter von Melilotus coerulea (Kräuterkäse), sowie Petersilien- und Estragon-Kraut, Schnittlauch, Zwiebel u. a.

Bei anderen Käsesorten wird die Käsemasse zum Zwecke des Raffinirens, d. h. um ihnen einen speciell beliebten Geschmack zu verleihen, während der Reifung in saures Bier oder Biertreber eingelegt oder mit feinem Wein eingetränkt (Stiltonkäse), wieder andere werden entweder nur vor dem Verkaufe mit Oel, Butter, Wein, Bier, Branntwein, Nussblättern eingerieben, oder behufs besserer Conservirung mit Kreide oder mit einer Lösung von schwefelsauerem Eisen, in welchem Russ aufgeschlemmt ist (Scannokäse) behandelt. Manche Magerkäse, die sogenannten « Kochkäse » bereitet man, indem man den Quarg für sich oder mit Butter, Kümmel und Salz vermengt, über Feuer zu einer gleichmässigen

Masse schmilzt. Einige Käsesorten werden mitunter auch geräuchert.

605. — *Verunreinigungen und Verfälschungen.* — Die giftigen Eigenschaften des Käses, abgesehen vom Käsegift, können entweder von giftigen Pflanzen (Veratrum, Euphorbia, etc.) herrühren, welche die Kühe, von denen die Milch stammt, genossen, oder von giftigen Arzneimitteln, welche an die Thiere verabreicht wurden, oder aber von solchen giftigwirkenden Metallverbindungen, welche bei einem unrationellen Vorgehen bei der Bereitung und Aufbewahrung des Käses in diesen gelangten.

Besonders durch bleihältiges Staniol, welches zum Verpacken mancher Weichkäse angewendet wird, kann die Käsemasse sehr leicht mit Blei verunreinigt werden. Es soll deshalb als Verpackungsmaterial nur solches Staniol verwendet werden, dessen Bleigehalt ein geringer ist und höchstens 3 p. c. beträgt. Auch bleihältiges Pergamentpapier soll aus demselben Grunde als erstes Umhüllungsmateriale für Käse nicht zugelassen werden.

Auch unter den Farbstoffen, welche zum Färben der Käse benützt werden, kommen manche giftige vor, wie z. B. gewisse Theerfarbstoffe (Safransurrogate und Anilinfarben). Ebenso unzulässig erscheint die Benützung von Harn, der dazu dienen soll, dem Käse rascher den Grad der völligen Reife zu geben.

Die besonders im Sommer und Herbst bei gewissen Käsesorten häufig vorkommenden Fliegenmaden und Milben sind zwar nicht gesundheitsschädlich, jedoch als eine das Aussehen des Käses schädigende Verunreinigung anzusehen.

Was die Verfälschungen des Käses betrifft, so sind solche verhältnissmässig selten constatirt worden.

Als Verfälschung muss es erklärt werden, wenn ein aus entrahmter Milch unter Zusatz eines fremden Fettes (Margarin, Schweinefett, etc.) erzeugter Käse — Kunstkäse — für echten Fettkäse verkauft wird.

Andere, wenn auch selten beobachtete Verfälschungen sind

Zusätze von geriebenen Kartoffeln, Mehl, Stärke, Holzstoff, Gips. Schwerspat und Kreide.

606. — *Farbstoffe* werden sowohl in den ätherischen Extracten des Käses, als auch in den wässerigen und alcoholischen Auszügen der entfetteten Käsemasse nach den passendsten Methoden ermittelt.

607. — *Mineralische Bestandtheile*, wie Gips, Schwerspath und Kreide, sowie Metallverbindungen (Kupfer, Blei, Zinn, Zink, Arsen, Eisen, Quecksilber) werden nach den üblichen Methoden ausgemittelt und quantitativ bestimmt.

Der Kochsalzgehalt wird am zweckmässigsten in dem wässerigen Auszug der mit einer Lösung von salpetersaurem Kalk eingedampften Asche titrimetisch mit Silberlösung bestimmt.

608. — Verschiedene *organische Zusätze*, wie Mehl, Kartoffelbrei, Holzstof, werden mit Hilfe des Mikroskopes in der vorher entfetteten und mit verdünntem Ammoniak behandelten Käsemasse erkannt und deren Menge durch taugliche chemische Methoden ermittelt.

609. — *Fremde Fette*. — Man extrahirt von der bei gewöhnlicher Temperatur im Vacuum über Schwefelsäure getrockneten Käsemasse circa 5 bis 6 gr. Fett, reinigt eventuell noch dasselbe und bestimmt darin nach der Reichert-Meissl'schen methode die Menge der flüchtigen Fettsäuren.

Die Extraction des Käsefettes kann auch auf eine viel einfachere Weise nach dem Verfahren von Henzold oder nach Devarda vorgenommen werden.

Für die Beurtheilung der Echteit des Käsefettes gelten dieselben Normen, wie beim Butterfett (siehe Butter), nachdem das in den Käse übergegangene Milchfett auch während der Käsereifung keine wesentlichen diesbezüglichen Veränderungen erfährt.

610. — *Käsegift und andere organische Gifte.* — Diesselben lassen sich mit Bestimmtheit nur durch physiologische Versuche nachweisen.

Auch eine weitere Prüfung der Käsemasse auf Ptomaïne, sowie auf Tyrotoxin und andere organische Gifte, dürfte unter Umständen angezeigt sein und zu positiven Resultaten führen.

Die Prüfung auf Harn wird nach der Murexidprobe ausgeführt.

BUTTER.

611. — *Definition.* — Unter *Butter* versteht man die ausschliesslich aus Milch oder Rahm durch zweckmässige mechanische Operationen (Buttern) erhaltene Fettsubstanz, welche durch Auswaschen und Auspressen von der anhaftenden Buttermilch so weit als möglich befreit wurde.

Butterschmalz, *Rindschmalz* oder *Schmelzbutter* ist ausschliesslich das durch Ausschmelzen (Auslassen) erhaltene, von den übrigen Milchbestandtheilen getrennte Butterfett.

612. — *Charakteristik der Kuhbutter.* — Der Schmelzpunkt des Fettes beträgt 31-37° C., ausnahmsweise bis 42°; der Erstarrungspunkt, 19-24° C.

Schmelzpunkt der Fettsäuren : 38°; Erstarrungspunkt : 36-37° C.

Hehner'sche Zahl : 87.5.

Hübl'sche Jodzahl : 26-36.

Reichert-Meissl'sche Zahl, specifische Gewicht, Verseifungszahl : siehe Prüfung.

613. — *Erlaubte Zusätze.* — Kochsalz zur Herstellung von Dauerbutter. Dasselbe soll in dem Wasser der Butter vollständig gelöst sein und darf höchstens 10 p. c. vom Gewichte der Butter betragen. Das verwendete Kochsalz soll so rein als möglich und namentlich frei von Chlormagnesium und grösseren Mengen Chlorkalium sein.

Farbstoffe, u. zw. nur unschädliche Pflanzenfarbstoffe, insoferne sie in sehr geringen Quantitäten zur Herstellung einer gleichmässigen Handelswaare verwendet werden.

614. — *Veränderungen der Butter.* — Unter dem Einflusse von Licht, Luft und gewissen Mikroorganismen gehen sowohl Butter als Schmelzbutter Veränderungen ein, welche sich durch Entfärbung, Talgig oder Bitterwerden, endlich durch einen eigenthümlichen Geruch und Geschmack kennzeichnen, welchen man als « ranzig » bezeichnet. Es entstehen dabei gewöhnlich wechselnde Mengen freier Fettsäuren. Die Art der Viehaltung sowie andere Umstände bedingen mitunter eine Butter von abnormer Beschaffenheit, welche sich durch bitteren, öligen oder fremdartigen Geschmack, ungewöhnliche Färbung u. dgl. äussert.

615. — *Verfälschungen.* — Die Verfälschungen der Butter bestehen zum Theile in einem Hineinarbeiten von zu grossen Mengen Wasser, Buttermilch oder Salz, zum Theile auch in der Einverleibung vollkommen fremder Substanzen wie Kartoffelbrei, Mehlkleister, seltener von Mineralsubstanzen behufs Gewichtsvermehrung. Ferner in der Verwendung von Conservirungsmitteln, sowie von Theer-oder Mineralfarben.

Als wichtigste Kategorie von Verfälschungen der Kuhbutter gilt jedoch die Beimengung fremder Fette wie Mischungen von Talg mit Speiseölen, Cocos-und Palmfett, hauptsächlich aber von Oleomargarin. (Letzteres siehe Speisefette.)

Insbesondere wäre jedoch ein etwaiger Zusatz von Mineralfetten als grobe Fälschung zu erklären.

616. — *Wasserbestimmung.* — Durch Austrocknen einer gewogenen Quantität bei 100° C. unter öfterem Umschwenken.

Der Wassergehalt soll 16 p. c. nicht übersteigen.

617. — *Fettbestimmung.* — Durch Vermischen eines gewogenen Quantums mit der vierfachen Menge eines Aufsaugungsmittels (wie Gyps, Sand), Austrocknen, Extraction des Fettes mit wasserfreiem Aether oder Petroläther und Wägen des getrockneten Extractionsrückstandes.

Der Fettgehalt muss mindestens 82 p. c. betragen.

618. — *Casein, Milchzucker, Salze und fremde Substanzen.* — Sie werden in dem mit Aether erschöpften Trockenrückstande nachgewiesen.

Stärkemehlhaltige Substanzen werden durch Betupfen mit Jodlösung, Mineralsubstanzen durch Einäschern erkannt.

Kochsalz kann ausserdem im wässerigen Auszuge der Butter durch Titration mit Silberlösung bestimmt werden.

619. — *Conservirungsmittel.* — Die Prüfung erfolgt nach den im Capitel « Milch » angegebenen Methoden.

620. — *Fremde Farbstoffe.* — Sie werden durch Extraction mit verdunntem Alcohol erkannt, welcher den Farbstoff der echten Butter nicht aufnimmt.

Die nähere Untersuchung erfolgt dan im Verdampfungsrückstande des Alcohols oder nach Stelbins.

621. — *Fremde Fette.* — Die Prüfung erfolgt durchwegs in dem in mässiger Wärme geschmolzenen und filtrirten Butterfett.

Als Vorprüfung behufs Auswahl verdächtiger Butter aus einer grösseren Anzahl von Proben kann die *specifische Gewichtsbestimmung* bei 100° oder die Prüfung mittelst des *Refractometers* empfohlen werden.

Reines Butterfett zeigt bei der Siedetemperatur des Wassers (bezogen auf Wasser von 15° C.) ein specifisches Gewicht von 0.868 bis 0.866, ausnahmsweise auch bis 0.861; Margarine, von 0.859 bis 0.862.

Im Zeiss'schen Butter-Refractometer zeigt reines Butterfett bei 40° C. eine Ablenkung von 39 bis 44 Scalentheilen, mit-

unter kommen auch höhere oder niedrigere Zahlen vor; Margarine, von 48 bis 51 Scalentheilen. Ausserdem bietet bei diesem Apparat die Färbung des Randes der Grenzlinie ein Unterscheidungsmerkmal; bei Butterfett erscheint dieser Rand gewöhnlich rothbraun, bei Fetten mit höherem Lichtzerstreuungsvermögen blau.

Für die exacte Untersuchung und die nähere Bestimmung des annähernden Percentgehaltes an fremden Fetten eignet sich am besten die Methode der *Bestimmung der flüchtigen Fettsaüren*. Nach der Reichert-Meissl'schen Originalmethode verbraucht echtes Butterfett zur Neutralisation der flüchtigen Fettsäuren für 5 gr. Substanz und 110 c. c. Destillat 26-32 c. c. 1/10 Normallauge, nur in seltenen Fällen kommen auch niedrigere Zahlen vor. Jede Butter, welche mehr als 26 Reichert-Meissl'sche Zahl gibt, ist ohne weiters als echt anzusehen. Eine Butter, welche weniger als 26 ergibt, muss noch einer weiteren Untersuchung nach anderen Methoden unterzogen werden. Ausser der schon oben erwähnten Refractometer-Anzeige ist in einem solchen Falle auch noch die *Köttsdorfer'sche Verseifungszahl* zu bestimmen. Dieselbe beträgt für echtes Butterfett im Mittel 227, kann aber auch bis 220 herabsinken.

Falls für das in den Handel kommende Margarine Zusätze wie Sesamöl, Phenolphaleïn u. dgl. gesetzlich vorgeschrieben werden, ist bei der Untersuchung der Butter auch auf diese Zusätze Rücksicht zu nehmen.

Sind sämmtliche Ergebnisse der Untersuchung zweifelhaft, so ist das betreffende Butterfett solange als verdächtig, resp. verfälscht zu erklären, als nicht der Beweis erbracht ist, dass unverfälschte Butter gleicher Abstammung dasselbe Verhalten zeigt. Dieser Beweis wäre vor Allem durch Einsendung der Stallprobenmilch, aus welcher die betreffende Butter erzeugt wurde, zu erbringen.

Margarine und andere fremde Fette (mit Ausnahme von Cocosfett) verbrauchen nach der Reichert-Meissl'schen Originalmethode bis zu 2 c. c.; die Verseifungszahl beträgt im Mittel 195.5.

Cocosfett hat eine Reichert-Meissl'sche Zahl von 7.4 und eine Verseifungszahl von 250-260.

Zur Berechnung des annähernden Gehaltes an fremden Fetten (mit Ausnahme von Cocosfett) dient die Formel : B = 3.7 (*n*-1), wobei *n* die verbrauchten c. c. der 1/10 Normallauge bedeuten.

622. — *Säuregrad.* — Die Menge der freien Fettsäuren wird durch Titration einer in säurefreiem Aether-Alcohol gelösten, gewogenen Quantität Butterfett mit 1/10 Normallauge ermittelt. Die Anzahl Cubikcentimeter 1/10 Normallauge, welche für 10 gr. Butterfett verbraucht werden, heissen Säuregrade (Ranziditätsgrade).

Ein Butterfett mit mehr als 12 Säuregraden ist als « ungeniessbar » zu bezeichnen, vorausgesetzt, dass dasselbe auch ranzig riecht und schmeckt.

KUNSTBUTTER.

623. — *Kunstbutter (Margarinbutter)* ist ein Gemisch von Oleomargarin und sonstigen zum Genusse geeigneten, nicht der Milch entstammenden Speisefetten, mit einer je nach der Jahreszeit wechselnden Menge von Speiseölen, welches unter Zusatz von etwas Riech-und Farbstoffen in geeigneten, mechanisch wirkenden Apparaten zusammen mit Milch (Vollmilch, Magermilch oder Rahm) verbuttert wird. Doch soll der Gehalt von Butterfett 5 p. c. nicht übersteigen.

SPEISEÖLE.

624. — Die wichtigsten Speiseöle sind : Olivenöl, Erdnussöl, Sesamöl und Baumwollensamenöl.

Als Speiseöle werden ausschliesslich vegetabilische Öle erster Pressung verwendet.

625. — Die zulässige *Grenze für den Gehalt an freier Fettsäure* ist 8 Säuregrade (sogenannte Ranziditätsgrade), wobei 1 Ranziditätsgrad dem Verbrauche vom 1 c. c. Normallauge für 100 gr. Fett, oder der Säurezahl 0.561, oder dem Gehalte von 0.282 p. c. freier Fettsäure, auf Ölsäure gerechnet, entspricht. Ein Öl mit 8 Ranziditätsgraden enthält somit 2.256 p. c. freie Fettsäuren, auf Ölsäure gerechnet.

Gute, vollständig wohlschmeckende Speiseöle enthalten in der Regel 1 bis 2 p. c. freie Fettsäure; vollständig säurefreie Fette schmecken fade.

626. — Als mögliche Beimengungen, sind *unverseifbare Mineralöle und Harzöle* zu nennen. Zur Prüfung auf derartige unverseifbare Bestandtheile kocht man einige Tropfen des Öles mit alkoholischer Kalilauge. Tritt auch bei längerem Kochen keine vollständige Lösung ein, so sind grössere Mengen unverseifbarer Öle vorhanden. Wird die Flüssigkeit klar, so mischt man sie mit dem gleichen Volumen wässeriger Ammoniakflüssigkeit, wodurch sich auch Spuren von Mineralöl oder Harzöl durch das Entstehen einer Trübung verrathen.

627. — Olivenöl.

Provencer Öl, Aixer Öl, Jungfernöl.

Das specifische Gewicht bei 15° C. liegt bei 0 9150 bis 0.9175.

Die Jodzahl muss zwischen 79 und 90 liegen; die häufigsten Werte sind 82 bis 85.

Die Verseifungszahl muss im Minimum 188 betragen; sie übersteigt selten 192 und beträgt im Maximum 196.

Im Zeiss'schen Butterrefractometer zeigt Olivenöl bei 25° C. die Ablenkungsziffer 62 bis 62.5.

Reines Olivenöl färbt sich beim Schütteln mit Salpetersäure von 1.4 specifischem Gewicht nicht, ebensowenig bei der nach Massie ausgeführten Elaïdinprobe, während mit Cotton-

öl, Rüböl oder Mohnöl versetzte Olivenöle mehr oder weniger ausgesprochene Färbungen geben.

Starke Beimischungen von *Sesamöl* erhöhen das specifische Gewicht, die Refractometer-Angabe und die Jodzahl beträchtlich. Zum qualitativen Nachweise auch geringer Zusätze dienen die Reactionen von Baudouin (Behandlung des Öles — in zweifelhaften Fällen der Fettsäure — mit Zucker und Salzsäure) oder Villavecchia (Salzsäure und Furfurol).

Durch Zusatz von *Baumwollensamenöl* (Cottonöl), wird das specifische Gewicht erhöht, ebenso die Refractometer-Anzeige, die Jodzahl und der Schmelzpunkt, bezw. Erstarrungspunkt der Fettsäuren. Mit Baumwollensamenöl versetztes Olivenöl färbt sich beim Schütteln mit Salpetersäure von 1.4 specifisch Gewicht kaffeebraun. Dieselbe Färbung tritt bei der Élaïdinprobe auf. Ausserdem ist die Silbernitrat-Probe nach Bechi anzustellen.

Erdnuss- oder Arachisöl erhöhlt die Jodzahl und die Refractometerzahl nur wenig, das specifische Gewicht kaum. Die Gegenwart von Erdnussöl kann mit Sicherheit nur mittels des umständlichen Probe von Renard (Abscheidung der Lignocerinsäure) nachgewiesen werden.

Grössere Zusätze von *Rüböl* erhöhen die Jodzahl und die Refractometerzahl. Charakteristisch für die Verfälschung mit Rüböl ist die Erniedrigung der Verseifungszahl.

628. — Sesamöl.

Sesamöl hat 0.921 bis 0.924 spec. Gewicht, die Verseifungszahl 187 bis 192, die Jodzahl 105 bis 112, die Refractometeranzeige 67 bis 68.2 bei 25° C.

Charakteristisch für Sesamöl sind die Reactionen von Baudouin und Villavecchia.

629. — Arachis- oder Erdnussöl

Sein specifisches Gewicht ist 0.917 bis 0.920, seine Jodzahl liegt bei 92 bis 101, die Verseifungszahl bei 190 bis 197, Refractometeranzeige 65.8 bis 67.5 bei 25° C.

Charakteristisch für Erdnussöl ist sein verhältnismässig grosser Gehalt an hochschmelzenden Fettsäuren (Arachinsäure und Lignocerinsäure).

630. — Cotton- oder Baumwollensamenöl.

Cottonöl enthält eine geringe Menge eines aldehydartigen, nicht verseifbaren Körpers vorhanden, welcher sich in Form eines gelben, später zu Nadeln erstarrenden Öles erhalten lässt. Derselbe reducirt Silber, und ist die Ursache des Eintretens der Reaction von Bechi.

Cottonöl hat 0.922 bis 0.926 specifisches Gewicht, die Jodzahl 106 bis 111, die Verseifungszahl 191 bis 197, Refractometeranzeige 67.6 bis 69.4 bei 25° C.

Cottonöl wird nicht verfälscht.

631. — Rüböle.

Ihr specifisches Gewicht ist 0.913 bis 0.917; die Jodzahl 98 bis 104, Refractometeranzeige 68 bei 25° C. Besonders charakteristisch ist die niedrige Verseifungszahl, welche zwischen 172 und 178 liegt.

SPEISEFETTE.

632. — Schweinefett.

Specifisches Gewicht bei 15° C. 0.934 bis 0.938, bei 100° (Wasser von 15° C. = 1) 0.861.

Es schmilzt bei 36 bis 40° C., während der Schmelzpunkt der Fettsäure zumeist zwischen 40 und 42.5° C. liegt und deren Erstarrungspunkt in der Regel zwischen 37 und 40° fällt.

Schmalz, und zwar namentlich amerikanisches, wird sehr häufig mit Rindertalg oder mit Presstalg unter gleichzeitigem Zusatz von Cottonöl oder anderen Pflanzenölen verfälscht.

Die Ablenkungszahl zeigt 50 bis 51.2 bei 40° C.

Zum Nachweis von Rindertalg besitzt man gegenwärtig nur

eine mikroskopische Methode. Schweineschmalz setzt aus ätherischen Lösungen rhomboïdische Blättchen met schief abgeschnittenen Ecken ab, während Talg pflaumenförmige oder wie ein F gekrümmte Krystalle liefert. Aus Benzol krystallisirt Schweinefett in Nadeln, Rindstalg in blumenkohlartigen Massen.

Zum Nachweis von Pflanzenölen stellt man die qualitativen Reactionen von Bechi, Welmanns und die Salpetersäureprobe an, welche sämmtlich negativ ausfallen sollen.

Den gegenwärtig noch sichersten Aufschluss gibt die Jodzahl des Fettes, der Fettsäuren und der auf Grund der Löslichkeit der Bleisalze in Aether dargestellten flüssigen Fettsäuren.

Die Jodzahl des Fettes liegt zwischen 46 und 64; in der Mehrzahl der Fälle 57 bis 62. Die Jodzahl der flüssigen Fettsäuren liegt bei europäischem Schweinefett zwischen 93 und 96, bei amerikanischem zwischen 103 und 105. Liegt die Jodzahl der Fettsäure unter 93 oder über 105, so ist das Fett verfälscht; zwischen 96 und 105 lassen sich nur dann Schlüsse ziehen, wenn die Provenienz des Fettes bekannt ist.

633. — Rindertalg.

Zum Gebrauche als Speisefett kann nur das aus den grösseren, zusammenhängenden Fettpartien, dem sogenannten Nierenfett, bei niedriger Temperatur ausgeschmolzene « Premier jus » dienen.

Das Fett hat bei 15° 0.952, bei 100° 0.860 bis 0.861 specifisches Gewicht und schmilzt bei 42 bis 46° C.

Für die Prüfung des Rinderfettes ist der sogenannte Talgtiter, d. i. der Erstarrungspunkt der Fettsäuren, massgebend. Derselbe darf nicht unter 44° C. liegen.

634. — Oleomargarin.

Oleomargarin ist der durch Auspressen bei 25° erhältliche, weichere, leichter schmelzbare Theil von solchem Rinds-

oder Schaftalg, welcher aus bestimmten, ausgewählten Partien des möglichst frischen Rohtalges bei niederer Temperatur ausgeschmolzen wurde.

Das specifische Gewicht beträgt bei 100°, 0.859 bis 0.862.

Der Schmelzpunkt schwankt zwischen 34 und 40°, während die daraus abgeschiedene Fettsäure um 42° schmilzt und um 40° erstarrt.

Die Verseifungszahl liegt zwischen 195 und 197.

Die Jodzahl, zwischen 50 und 56.

Die Reichert-Meissl'sche Zahl, welche sich zwischen 0.3 und 0.9 bewegt, beträgt zumeist 0.4 bis 0.6.

Die Menge unlöslicher Fettsäuren beträgt 95.4 bis 95.8° p. c.

Am Oleorefractometer markirt — 17° und am Zeiss'schen Butterrefractometer bei 40° C. 48 bis 50 Scalentheile.

635. — Pflanzenfett.

Das Pflanzenfett besteht aus gereinigtem Cocosnuss- oder Palmkernöl und kommt unter verschiedenen Namen vor, wie Mannheimer Cocosbutter, Lactine, Vegetaline, Laureol.

Es schmelzt bei 25 bis 27° und bleibt, einmal geschmolzen, lange flüssig.

Es unterscheidet sich von allen anderen Fetten durch die sehr hohe Verseifungszahl (253 bis 262).

Die Jodzahl ist dagegen sehr niedrig (9).

Ebenso die Refractometerzahl (35.5).

GETREIDE.

636. — Unter *Getreide* versteht man im Handel kurzweg die reifen und ausgedroschenen Früchte (Körnerfrüchte, Schliessfrüchte) der Getreidearten; zu den letzteren werden gerechnet : Roggen, Weizen, Gerste, Hafer, Mais, Reis, Hirse und Buchweizen.

637. — *Normen von der k. k. Samen-Control-Station in* Wien. — Die Ware soll frei sein von Schimmelpilzen und Brandsporen.

Die folgende Grenzwerthe haben zu gelten :

GETREIDEART.	Veruhreinigungen Gewichtspercent (höchstens).				P. c. Spelzengehalt (höchstens).	P. c. Wassergehalt (höchstens).
	Erde, Spreu, Bruch, fremde Samen.	Kornrade, Taummellolch, Wachtelweiz, Klappertopf.	Mutterkorn.	Zusammen.		
Roggen	0.8	0.1	0.1	1.0	»	15
Weizen	0.8	0.1	0.1	1.0	»	15
Gerste (Brauware) . .	0.8	0.1	0.1	1 0	15	15
Hafer	2.3	0.1	0.1	2.5	35	15

638. — *Verfälschungen.* — Das Getreide wird häufig in betrügerischer Absicht mit sogenannten Schönungsmitteln behandelt, um einer minderwerthigen, alten oder verdorbenen Ware ein besseres Aussehen zu geben, beziehungsweise eine Gewichtserhöhung und einen höheren Preis zu erzielen. Am bekanntesten sind das Olen des Weizens, das « Schwefeln » der Gerste und des Hafers, Besprengen mit Wasser, das Untermischen von « ausgewachsenem Getreide », die Verfälschungen des Reis mit Kalkwasser zur Erzielung einer weissen Farbe, mit Oel (beim Poliren) um mehlige Körner durchscheinend zu machen, mit Indigo oder Ultramarin.

Der sogenannte *Ausreuter*, welcher der Trieurausputz aus Getreide ist und der Hauptmasse nach aus den Samen und Früchten von schädlichen und lästigen Unkräutern und anderen Verunreinigungen besteht, sollte nich in den Handel gebracht und darf weder zum Vermengen mit schon geputzter Ware, noch auch im vermahlenem Zustand, als Zusatz zu Futter- oder gar Nahrungsmehlen verwendet werden. (Uber die zulässige Menge derartiger Verunreinigungen, siehe Tab. und Cap. Mehl.)

MEHL

UND DIE ANDEREN MAHLPRODUCTE DER CEREALIEN UND LEGUMINOSEN.

639. — *Definition.* — *Mehl :* Auf Mühlen bis zu einem hohen Grade der Feinheit zerkleinerte, von den Hüllen ganz oder grösstentheils befreite, zur Ernährung dienende Früchte und Samen verschiedener Culturpflanzen.

Getreidemehl (Cerealienmehl) : Mehl von Getreidefrüchte (Weizen, Roggen, Gerste, Hafer, Mais, Reis, Hirse).

Nach den Getreidearten unterscheidet man : Weizen-, Roggen-, etc. Mehl.

Zu den Getreidemehlen zählt man auch das Buchweizen- oder Heidenmehl.

Die in analoger Weise verarbeiteten getrockneten Samen der gewöhnlich angebauten Hülsenfrüchten : Erbsen, Bohnen und Linsen, geben das Hülsenfrucht- oder *Leguminosenmehl.*

Ausser den feinen Mehlen aus Weizen und Roggen kommen noch andere Mahlproducte aus diesen Getreidefrüchten, sowie aus Gerste und Hafer und besonders für die südlichen Länder aus Mais in Betracht, die verschiedenen *Griese* und *Graupen.*

Im geschälten unzerkleinerten Zustande oder geschält und gebrochen (*Grütze*) kommen Reis, Hafer, Gerste, Hirse und Buchweizen, und zwar hauptsächlich als solche zu Nährzwecken zur Verwendung.

MAHLPRODUCTE DER CEREALIEN.

640. — *Wassergehalt.* — Der Wassergehalt der Cerealienmehle schwankt zwischen 6-15, der meisten zwischen 10-13 p. c.

Gutes Weizenmehl hat gewöhnlich einen Wassergehalt von 10-14 p. c. Jedenfalls soll dieser bei Weizen- und Rog-

genmehl nicht über 15 p. c., bei den übrigen Mehlsorten nicht über 18 p. c. hinausgehen.

Man bestimmt den Wassergehalt des Mehles durch Trocknen einer Probe von 10 gr. bei 105° bis zur Gewichtsconstanz.

641. — *Aschengehalt.* — Der Aschengehalt der Getreidemehle schwankt zwischen 0.3 bis 2.7 p. c.

Der Aschengehalt im Weizenmehle liegt zwischen 0.3-2.7 p. c. Die feinsten Sorten ergeben einen solchen von 0.3 bis 0.5.

Roggenmehle ergeben 0.5 bis 2.4, Gerstenmehle durchschnittlich 1, Hafermehle 1.3-1.6, Maismehle 0.5-0.9, Reismehle 0.5-0.7, Hirsemehle 1.2-1.3 und Buchweizenmehle 0.5-1.1 p. c. Asche.

642. — *Gehalt an stickstoffhaltigen Substanzen, überhaupt und speciell Klebergehalt des Weizenmehles.* — Zur Bestimmung des *Klebergehalt* macht man aus 50 gr. Mehl und 25 cc. Wasser einen Teig, den man eine halbe Stunde der Ruhe überlässt und hierauf unter einem continuirlichen dünnen Wasserstrahl so lange in der Hand und zwischen den Fingern durchknetet, bis das Wasser klar abläuft.

Man lässt sodann das Wasser von der erhaltenen Klebermasse abtropfen und bestimmt das Gewicht derselben in feuchtem Zustande oder auch das Gewicht des getrockneten Klebers.

Der frische, noch feuchte Kleber stellt eine gelbliche, sehr zähe, elastische, klebrige Masse dar, welche sich in Stränge, bandartige Streifen und Fäden ausziehen lässt, an der Luft langsam von der Oberfläche her eintroknet, wobei diese erhärtet, eine grünlichbraune Farbe und einen firnissartigen Glanz annimmt, während das Innere noch lange weich, zähe und klebrig bleibt. Rasch erhitzt, bläht er sich stark auf.

Gutes Weizenmehl soll circa 8 oder 10-15 p. c. trockenen Kleber geben (28-36 p. c. feucht).

Mit der Bestimmung des Klebers auf mechanischem Wege,

kann die Bestimmung des Stärkemehlgehaltes des Mehles verbunden werden, indem man die vom Kleber ablaufende, ein feines Haarsieb passirende Flüssigkeit in einem untergestellten Gefässe auffängt, worin sich das ausgeschwemmte Stärkemehl absetzt und nach entsprechender Reinigung und Trocknung quantitativ bestimmt werden kann.

Aus verdorbenem Mehle ist oft gar nicht ein zusammenhängender Kleber zu erhalten, ebensowenig wie aus Roggen mehl.

Die Bestimmung der Menge der *stickstoffhaltigen Substanzen* (Rohproteïn) erfolgt jetzt allgemein in der Weise, dass man in einer bekannten Menge des Mehles nach der Methode von Kjeldahl die Gesammtmenge an Stickstoff bestimmt und diese auf Proteïnsubstanz umrechnet.

In Weizenmehl wurde die Menge an Rohproteïn mit 10.7—17.2 ermittelt.

Die Menge an Rohproteïn in Roggenmehle wurde mit 7—16.8 p. c., im Gerstenmehle mit 10.8, im Hafermehle mit 11—13, im Maismehle mit 10.2, im Reismehle mit 6.8—10, im Hirsemehle mit 11—12, im Buchweizenmehle mit 4—8 p. c. ermittelt.

643. — *Gehalt an Stärkemehl.*— Durch Umwandlung der Stärke in Zucker (im Soxhlet'schen Dampftopfe) und Umrechnung auf Stärke, oder mechanish durch Ausschwemmen in der oben (bei Kleber) angegebenen Weise.

Gewöhnlich wird die Stärke unter die *stickstoffreien Extractivstoffe* aufgenommen und diese aus der Differenz berechnet, indem man die Summe der Procentmengen von Wasser, Asche, Rohproteïn, Fett und Holzfaser von 100 abzieht.

Am reichsten an Stärkemehl ist Reismehl (76 p. c.), dann folgen Gerstenmehl (62—73 p. c.), Buchweizenmehl (70 p. c.), feinstes Weizenmehl (69 p. c.), Hafermehl und gröberes Weizenmehl (66 p. c.), Maismehl (63 p. c.) und Roggenmehl (59 p. c.).

644. — *Fettgehalt.* — Wird eine Probe des Mehles am

Besten im Soxhlet'schen Extractionsapparat mit Petroläther erschöpft.

Es wurden so folgende Procentmengen ermittelt :

Reismehl 0.4, Weizenmehl 0.5, Roggenmehl 0.5—2.6, Buchweizenmehl 0.5—1.3, Gerstenmehl 1.0, Maismehl 1.3, Hirsemehl 3.5, Hafermehl 6—6.8.

645. — *Gehalt an Rohfaser (Holzfaser).* — Bedient man sich der von Koenig angegebenen Methode.

Ergab Weizenmehl einen Gehalt von 0.14—3.3 p. c. In Roggenmehlen wurden 0.9 bis 3.3 Procent ermittelt; im Gerstenmehle, 2; im Hafermehle, 0.5—0.9; im Buchweizenmehle, 1.3 Procent.

646. — *Mineralische (anorganische) Verunreinigungen und Beimengungen.* — Können betreffen das zufällige Vorkommen von reichlicherem Sand, von Staub, Mühlsteinpartikelchen oder absichtliche Zusätze von verschiedenen mineralischen Substanzen, wie Kreide, Gips, Magnesit, Schwerspath, Alaun, Kupfervitriol u. A.

Am Sichersten und Genauesten wird ein solcher Zusatz durch die *Aschenbestimmung* ermittelt.

Die Analyse der Asche gibt zugleich Aufschluss über die Natur des Zusatzes.

Zur raschen Entdeckung von mineralischen Verunreinigungen und Zusätzen des Mehles im Allgemeinen, zumal von gröberen, ist die *Chloroformprobe* üblich, welche ausgeführt wird, indem man 2—4 gr. des Mehles in einer Eprouvette mit 38–40 gr. Chloroform durchschüttelt, allenfalls unter Beifügen von 40 bis 50 Tropfen Wasser. Beim Stehenlassen der Mischung fallen die mineralischen Substanzen zu Boden und können dann weiter chemisch untersucht und näher bestimmt werden.

Ein Zusatz von Kreide oder Magnesit verräth sich durch Aufbrausen, wenn man den mit etwas Weingeist angemachten Mehlteig mit einigen Tropfen Salzsäure befeuchtet.

Zum Nachweise von *Alaun* im Mehle lässt sich die für

Brod angegebene Alizarinprobe recht gut verwerthen, welche am einfachsten und raschesten in der Weise ausgeführt wird, dass man eine ganz kleine Probe des Mehles (25—50 cgr.) in einer Eprouvette mit einigen Tropfen 1 proc. alcoholischer Alizarinlösung durchtränkt, einige Tropfen Wasser hinzufügt und im Wasserbade erwärmt. Die Anwesenheit von Alaun verräth sich noch bei einem Gehalte von 0.05—0.01 Proc. durch Rothfärbung der Mehlprobe.

647. — *Beimengung geringwerthiger Mehle.* — Hieher gehört die Substitution des Weizenmehles mit Roggenmehl und umgekehrt, die Fälschung der beiden genannten Mehlarten mit Gerstenmehl, mit Maismehl, angeblich auch mit Erbsenmehl, die Fälschung von Reismehl mit Weizenmehl, von Buchweizenmehl mit Mais- und Weizenmehl.

Die Erkennung solcher Fälschungen gelingt in der Regel unschwer mit dem Mikroskope.

648. — *Mehl mit Ausreuterbestandtheilen.* — Das sogenannte Ausreuter besteht aus sehr verschiedenen fremden Körpern, abgesehen von kleinen Steinchen, Erdklümpchen, Insecten u. dgl.

Diese Verunreinigungen, resp. Beimengungen sind zum Theil gesundheitsschädlich, wie Mutterkorn, Taumellolch, Raden, Kuhkraut, wahrscheinlich auch Rittersporn, Adonis, Hahnfuss, Wolfsmilch, Wachtelweizen, Klappertopf, Brandsporen. Andere wie Wicken- und Cruciferensamen sind zwar nicht direct gesundheidtsschädlich, bei reichlicherer Anwesenheit im Mehle aber drücken sie den Werth desselben herab, indem sie es verunreinigen und zu Nahrungszwecken weniger tauglich machen.

Praktisch wichtig als Verunreinigungen oder Beimengungen des Mehles sind besonders : Mutterkorn, Brandsporen, Wicken, Wachtelweizen, Raden und Kuhkraut, Taumellolch und Trespe, deren Vorkommen in Mehlen constatirt wurde.

Der sichere Nachweis der hieher gehörenden Verunreinigungen und Fälschungen ist nur mit Hilfe des Mikroskops

möglich. Für einige, wie Mutterkorn, Wachtelweizen (und Klappertopf) und Raden, hat man auch chemische Prüfungsmethoden angegeben, die jedoch nur den Werth einer Vorprobe haben.

Eine solche Vorprobe ist auch die mit Salzsäure-Weingeist. Eine Probe des zu untersuchenden Mehles von ca. 2 gr. wird in einer Eprouvette mit ca. 10 cc. der Mischung (70 procentiger Alcohol mit 5 p. c. Salzsäure) durchgeschüttelt und im reflectirten Licht die Färbung beobachtet, welche nach einigem Stehen das abgesetzte Mehl und die überstehende Flüssigkeit und diese namentlich an ihrem frein Saume (Meniscus) zeigt. Bei gewissen Verunreinigungen beobachtet man sofort das Auftreten einer bestimmten Färbung, bei anderen tritt sie erst nach einiger Zeit auf. Erwärmen beschleunigt dieselbe.

Uebersicht über das Verhalten
der Cerealienmehle zu Salzsaüre-Weingeist.

A. — Reine Mehle.

MEHL		VERHALTEN	
ART	SORTE	DER FLÜSSIGKEIT (a) UND SPECIELL DES SAUMES (m)	DES MEHLES
Weizen	00 — 4 f.	a) farblos, wasserhell, m) reinweiss	reinweiss
	5, 6 f.	a) und m) gelblich	weiss mit röthlichem Schimmer
	7, 8 f.	a) strohgelb, m) bleichgelb	grauröthlichweiss, fein marmorirt
Roggen	0 feinst	a) farblos, m) weiss (höchtens kaum merklicher rother oder gelblicher Schimmer)	weiss
	1, 2	a) und m) gelblich	grauröthlich, marmorirt
	3	a) und m) gelbröthlich	grauröthlich, grobmarmorirt
Gerste	—	a) gelblich, m) röthlichgelb	graulich oder grauröthlichweiss, in groben Sorten marmorirt

MEHL		VERHALTEN	
ART	SORTE	DER FLÜSSIGKEIT (a) UND SPECIELL DES SAUMES (m)	DES MEHLES
Hafer	—	a) blassgrünlichgelb, m) röthlichgelb	bräunlich-röthlich-weiss, marmorirt
Mais	—	a) gelblich, m) blass citronengelb	grünlichweiss
Hirse	—	a) gelblich, m) blass citronengelb	grünlichweiss
Buchweizen	fein	a) farblos mit etwas gelb-röthlichem Schimmer, m) etwas gelbröthlich	weiss, kaum etwas in's röthliche
Buchweizen	mittel	a) farblos mit etwas gelb-röthlichem Schimmer, m) etwas gelbröthlich	weiss mit braunröthlichem Schimmer
Reis	—	a) farblos, wasserhell, m) reinweiss	reinweiss

B. — **Mit Ausreuterbestandtheilen Verunreinigte Cerealien — (hauptsächlich feinere Weizen-und Roggen) — Mehle.**

MEHL	VERHALTEN	
VERUNREINIGT MIT	DER FLÜSSIGKEIT (a) UND DES SAUMES (m)	DES MEHLES
Taumelloch	a) strohgelb, m) röthlichgelb	weiss mit röthlichem Schimmer
Raden (oder Kuhkrautsamen)	a) röthlichgelblich, m) orangegelb oder gelbröthlich	grobe Mehle marmorirt
Wicken	a) röthlich, m) rosenroth bis violett oder hellpurpurn	grobe Mehle marmorirt
Mutterkorn	a) fleischwasserfarbig m) hellblutroth	fleischröthlich
Wachtelweizen (oder Klappertopfsamen)	a) blaugrün oder grünlichblau m) blaugrün	bläulichweiss

649. — *Verdorbenes Mehl.* — Es gibt sich oft schon ausserlich durch die Farbe zu erkennen, dann aber besonders durch den vom normalen Mehle ganz abweichenden Geruch. Oft ist ein solches Mehl auch nicht gleichmässig, sondern enthält beim Anfühlen sich bemerkbar machende harte, klumpige,

knollige Partien, hat einen unangenehmen moderigen oder schimmeligen Geruch und einen unangenehmen oder widrigen, selbst ekelhaften Geschmack. Verdorbene Mehle geben in der Regel keinen brauchbaren backfähigen Teig, backen sich schlecht, offenbar wegen durchgreifenden Veränderungen im Bereiche der Proteïnsubstanzen und besonders des Klebers, wohl auch der Kohlehydrate.

Das Mikroskop lässt im verdorbenen Mehle zumal im feuchtgehaltenen, dumpfigen, verschiedene Mikroorganismen : Bacterien, Bacillen, Mikrokokken sowie Schimmelpilze (Mycel, Sporen), oft massenhaft erkennen.

Aus ausgewachsenem Getreide hergestelltes Mehl ist mikroskopisch leicht an den ganz charakteristischen Veränderungen.

Bei schlechter und langer Aufbewahrung können im Mehle, abgesehen von den oben erwähnten Veränderungen, verschiedene thierische Lebewesen, zuweilen in Menge vorkommen und dasselbe mindestens minderwerthig und unappetitlich machen, so insbesondere die Mehlmilbe (Acarus farinae und A. plumiger), Raupen der Mehlmotte (Asopia farinalis), Mehlwürmer (die Larven von Tenebrio molitor) u. dgl.

Leguminosenmehle.

650. — *Chemisches Verhalten.* — Bohnenmehl enthält in Procenten 12 Wasser, 23.3 Stickstoffsubstanz, 1.5 Fett und 3.7 Asche.

Mehl aus ungeschälten Bohnen ergab 8—9 Wasssr, 22 bis fast 24 Stickstoffsubstanz, 1.4 Fett und 3.6 bis fast 4 Asche.

Erbsenmehl aus den Cotyledonen (grün und gelb) hergestellt : 8—9 Wasser, 27 Stickstoffsubstanz und fast 3 Asche: aus ganzen Erbsen : 9.3 Wasser, 20.2 Stickstoffsubstanz, 1.2 Fett, 6.9 Rohfaser und 3.1 Asche.

Linsenmehl : 10.8 Wasser, 25.5 Stickstoffsubstanz, 0.8 Fett, 2.7 Asche.

Nach anderweitigen Angaben kann im Allgemeinen in den

Leguminosenmehlen in Procenten angenommen werden : 10 Wasser, 23—25 Stickstoffsubstanz, ca. 2 Fett, 57—59 stickstofffreie Extractivstoffe, 1—2 Holzfaser und 3—3 1/2 Asche.

STARKE.

651. — *Definition.* — Unter Stärke, Amylum, versteht man einen bestimmten, chemisch zu den Kohlehydraten gehörenden, im Pflanzenreiche sehr verbreiteten, fabriksmässig aus daran besonders reichen Pflanzentheilen gewonnenen geformten Zellinhaltskörper.

Weizenstärke : Die aus den reifen Weizenfrüchten nach verschiedenen Methoden hergestellte Stärke.

Maisstärke : Aus dem Mais gewonnen.

Reisstärke (Reismehl) : Besonders massenhaft aus Bruchreis und aus geringeren Reissorten dargestellt.

Kartoffelstärke (Kartoffelmehl) : Aus den Kartoffelknollen gewonnen.

Kastanienstärke : Aus den Samen der Edelkastanie bereitet.

Maranta-Stärke (Pfeilwurzelstärke, Westindisches, Bermudas-, St. Vincent-, Jamaika-Arrowroot) : Aus dem fleischigen Wurzelstocke von Maranta arundinacea und anderen Maranta-Arten gewonnen.

Curcuma-Stärke (Tikmehl, Ostindisches, Assam-, Chinesisches, Surinam-Arrowroot) : Aus dem Wurzelstocke von Curcuma angustifolia und Curcuma leucorrhiza gewonnen.

Canna-Stärke (Tous les mois St., Ostindisches, Neu-Süd-Wales-, Queensland-Arrowroot) : Aus dem Wurzelstocke mehrerer Canna-Arten (Canna edulis, C. coccinea., C. Indica, etc.) gewonnen.

Dioscorea (Yamswurzel) *Stärke* (Guayana Arrowroot) : Aus den unterirdischen Theilen von mehreren cultivirten Dioscorea-Arten, besonders von D. sativa und D. alata, gewonnen.

Musa- (Pisang-, Bananen-) *Stärke* : Aus den Früchten des Musa paradisiaca hergestellt.

Manihot- (Cassawa-, Mandiok-) *Stärke* (Brasilianisches Arrowroot, Liberia-Arrowroot) : Aus der mehlreichen Wurzel der als Brodpflanze cultivirten Cassawa, des Mandioks, (Manihot utilissima) gewonnen.

Bataten-Stärke (Brasilianisches Arrowroot) : Aus den Knollen von Batatas edulis gewonnen. Kommt auch als brasilianisches Arrowroot im Handel vor, rein oder mit Manihotstärke gemischt.

Arum-Stärke : Aus dem mehlreichen knolligen Wurzelstocke mehrerer Araceen, Arum esculentum, A. Italicum, Colocasia antiquorum, « Taro », gewonnen.

Sago-Stärke (Sago-Arrowroot) : Aus dem Marke der Sagopalmen, Metroxylon Rumphii., M. laeve, hergestellt.

Sago, ostindischer oder Palmensago: Darunter versteht man in die Form von Körnern gebrachte und sodann durch Erhitzen grösstentheils verkleisterte Sagostärke.

In analoger Weise, wie aus Sagostärke, wird in Europa aus der Kartoffelstärke der weit billigere *Kartoffel-* oder *Inländer-Sago* fabricirt und vielfach in betrügerischer Weise für echten Palmensago verkauft.

652. — *Substitutionen und Verfälschungen des Stärkmehles und des Sago.* — Von den einheimischen Fabrikaten wird Weizenstärke manchmal mit Kartoffelstärke verfälscht.

Als Reisstärke wird sehr häufig Weizenstärke verkauft oder ein Gemenge beider Stärkesorten.

Von den Arrowsorten findet sich Marantastärke nicht selten mit Bataten- oder Manihot-Stärke oder mit beiden, seltener mit Sago-, Dioscorea-, Musa- oder Arumstärke substituirt, resp. vermischt.

Auch mit Weizen-, Kartoffel-, Reis-, und Maisstärke verfälschtes westindisches Arrowroot kam vor.

Ab und zu wird auch ostindisches Arrowroot (Curcuma- oder Cannastärke oder beide zugleich) für westindisches Arrowroot verkauft.

Brasilianisches Arrowroot ist bald reine Manihot-Stärke,

bald reine Batatenstärke, bald ein Gemenge dieser beiden Stärkesorten.

Die Substitution von Palmensago mit Kartoffelsago wurde bereits oben erwähnt.

BROT UND BACKWAREN.

653. — *Definition.* — Unter der Bezeichnung « Brot » und « Backwaren » sind sämmtliche aus Mehlen und Wasser oder anderen Flüssigkeiten, mit oder ohne Verwendung eines Lockerungsmittels, durch den Backprocess hergestellte Nahrungsmittel zu verstehen.

Zur Herstellung dürfen nur solche Mehle Verwendung finden, welche den im Capitel Mehl ausgesprochenen Anforderungen genügen.

Zur Lockerung des Brotes und der Backwaren dürfen verwendet werden : Sauerteig, entbitterte Brauereihefe, Presshefe, Kohlensäure, ferner Backpulver, welches keine Kalium-Verbindungen enthalten darf, und endlich Fett.

Die Heizung der Backöfen mit Innenfeuerung darf nur mit Kohle oder gutem Brennholze erfolgen, angestrichenes oder imprägnirtes Holz (Bauholz oder Bahnschwellen) dürfen zur Feuerung nicht verwendet werden.

Erlaubte Zusätze zu Brot- und Backwaren sind : Salz, Fett, Milch, Eier, Zucker, Honig, Malzextract, Früchte, Fruchtsäfte, Eingesottenes, Gewürze, Wein, Rum, Cognac, Stärkemehl und erlaubte Farbstoffe.

Auch Zuzätze, wie Aleuronatmehl, Leguminosenmehle, Molke, Fleischmehl, Fleischextract sind gestattet, doch müssen sie stets aus der Bezeichnung des Brotes ersichtlich sein.

Als « Mischbrote » sind jene Brotsorten anzusehen, zu deren Darstellung nebst Roggen- und Weizenmehl oder einem Gemische beider, auch Maismehl, Kartoffelbrei oder andere Substanzen, wie Rübenschnitte, verschiedene Pflanzensamen Verwendung finden. Derartige Brote dürfen nur unter spe-

cieller Nennung des minderwertigen Antheiles, z. B. als « Maisbrot », « Kartoffelbrot », verkauft werden.

Hierbei sind jedoch immer auch localen Gewohnheiten entsprechende Brotsorten, wie z. B. Pumpernickel, Schrotbrot u. s. w. zu berücksichtigen.

Verboten ist die Zugabe von Alaun, Kupfervitriol, Zinksulfat und Seife, sowie von gesundheitsschädlichen Stoffen überhaupt.

654. — *Beurtheilung.* — Gutes Brot muss im Innern gleichmassig durchgebacken und gelockert erscheinen, die Rinde soll nicht zerrissen und durch grössere Hohlräume von der Krume getrennt sein, auch dürfen sich keine « Wasserstreifen » oder grössere Mehlklumpen in der letzteren erkennen lassen. Die Farbe der Krume soll die natürliche Beschaffenheit besitzen, nicht blau, roth oder schwarz, noch sonstwie missfärbig sein. Ferner muss die Rinde einen gewissen Grad von Elasticität besitzen, die durch Drücken mit dem Finger geprüft wird. Uberdies dürfen sich weder an der Aussenseite, noch im Innern des Brotes Schimmelwucherungen zeigen; derartiges Brot ist unbedingt vom Genusse auszuschliessen.

Der *Wassergehalt* des Brotes soll 42 Percent nicht übersteigen.

Der *Aschengehalt* soll nach Abzug des Kochsalzes in der Trockensubstanz höchstens betragen :

in Weizenbrot und Weizenzwieback . .	2.0 p. c.
in Roggenbrot und Roggenzwiebach. .	2.5 »
in Schrotbrot	3.0 »
in Haferbrot	3.5 »
in Gerstenbrot	4.5 »

Die Asche darf nur Spuren vond Sand enthalten.

Der *Grad der Säuerung* soll die Säurezahl 5 nicht übersteigen.

Unter « Säurezahl » ist die zur Neutralisation von 1 gr. Substanz erforderliche Anzahl von Milligrammen Kaliumhydroxyd zu verstehen.

655. — Der *Wassergehalt* wird in einer aus dem ganzen Brotlaibe herausgeschnittenen Durchschnittsprobe durch Trocknen derselben bei 100° C. ermittelt.

656. — Der *Aschengehalt* wird in der bekannten Weise bestimmt; die Ermittlung des Gehaltes an Chlornatrium erfolgt nach den üblichen Methoden.

657. — Die *Säurezahl* wird ermittelt, indem 100 gr. Brot mit 400 c. c. Alkohol von 70 p. c. in der Wärme digerirt und nach einstündigem Stehen unter Verwendung von Phenolphtaleïn als Indicator mit Kalilauge titrirt werden.

GEMUSE.

658. — Alle in frischem Zustande verwendbaren, marktfähigen *Gemüse* müssen wirklich frisch und vollständig gereinigt, d. h. frei von anhängender Erde, Staub u. dgl. sein.

Welke, schimmelige oder theilweise faule, von Insecten und deren Larven, von Schnecken, Würmern und anderen Thieren zerfressene, dumpfig riechende Gemüse sind als Nahrungsmittel für den Menschen nicht zulässig.

659. — Gute *Kartoffeln* müssen zur gehörigen Zeit geerntet, d. i. völlig reif sein, dürfen weder grün noch ausgewachsen sein.

Zu früh geerntete, unreife, oder im Keller ausgewachsene, von den Ausläufern befreite, nicht selten künstlich den jungen « heurigen » Kartoffel ähnlich gemachte, durch den Frost verdorbene und dann unangenehm süss schmeckende, faule, angefaulte, verschimmelte oder sonstwie verdorbene und erkrankte Kartoffeln dürfen nicht auf den Markt gebracht werden.

660. — Statt der eigentlichen *Zuckererbsen*, unreifen und

zarten grünen, geschlossenen Hülsen von Pisum sativum gallosum, werden häufig die unreifen Samen der gemeinen Garten-(Saat- oder Pflück-) Erbse (Pisum sativum) verkauft. Diese sind in der Regel grösser, kugelrund, härtlich wenig oder gar nicht süss.

Die Zuckererbsen dürfen auch nicht mit den mitunter ebenso bezeichneten Kichererbsen (von Cicer arietinum) verwechselt werden.

ESSBAREN PILZE.

661. — *Marktfähigkeit der Pilze.* — Auf dem Markte sind ganz entschieden nur solche Pilzarten zu dulden, welche auch von Laien leicht als geniessbare, unschädliche erkannt werden können.

Es sind daher in verschiedenen Ländern resp. Städten verhältnismässig nur wenige « Schwämme » als marktfähig erklärt worden und werden andere Pilze beim Verkaufe nicht geduldet.

In Wien sind durch Reg.-Verordnung vom 17 Juli 1838 als erlaubte, marktfähige « Schwämme » angeführt : 1. Champignon-Arten, 2. Morcheln, 3. Pilzling (Herrenpilz), 4. Hallimasch, 5. Goldbrätling, 6. Röthling (Eierschwamm), 7. Schwarz-Trüffel, 8. Weiss-Trüffel.

Mit grösster Strenge ist sonst noch bei der Marktpolizei auf folgende Punkte zu halten : 1. Die zu Markte gebrachten Pilze müssen in jüngeren Entwicklungsstadien und ganz frisch gesammelt sein ; 2. Sie müssen völlig intact sein, d. h. ganz erhalten (Hut mit Stiel im Zusammenhang), nicht zerschnitten; dürfen nicht von Schnecken und Insectenlarven angefressen, resp. von Madengängen durchzogen, im Innern « wurmig » sein.

Nicht mehr ganz frische, abgewelkte, von Insectenlarven zerfressene oder sonst beschädigte, in Zersetzung begriffene, übelriechende, missfarbige, unsaubere, nicht gehörig gereinigte, nicht mehr ganze, d. i. zerbrochene, nach Hut und

Stiel gesonderte, in Segmente oder Scheiben zerschnittene Pilze sind zum Verkaufe nicht zuzulassen, gleichwie alle Arten getrockneter Pilze, sei es im ganzen oder im zerschnittenen Zustande.

662. — *Gewöhnlichen essbaren Pilze.* — 1. Kaiserpilz, Kaiserling (Agaricus caesareus).

2. Parasolpilz (Agaricus procerus).

3. Hallimasch (Agaricus melleus).

4. Pflaumenpilz, Mehlblätterpilz, Mousseron (Agaricus Prunulus).

5. Maischwamm (Agaricus gambosus, Agaricus Pomonae).

6. Drehling, Austernschwamm (Agaricus ostreatus).

7. Stockschwamm, Wandelbarer Blätterpilz (Agaricus mutabilis).

8. Champignon, Feld-Champignon, Feld-Egerling (Agaricus campestris).

9. Gugemucke, Schaf-Egerling, Acker-Champignon (Agaricus arvensis, A. edulis).

10. Graublätteriger Champignon, Wiesen-Egerling (Agaricus pratensis, Agaricus spodophyllus).

11. Wald-Champignon, Wald-Egerling (Agaricus silvaticus).

12. Brätling, Goldbrätling (Lactarius volemus).

13. Echter Reizker, Wachholder-Milchling (Lactarius deliciosus).

14. Essbarer Röthling, Eierschwamm, Gelbling, Gehling, Pfifferling, Gälchen (Cantharellus cibarius).

15. Nelkenblätterpilz, Nelken-Schwindling, Krösling, Kreisling (Marasmius Oreades).

16. Edelpilz, Herrenpilz, Steinpilz, Pilzling (Boletus edulis).

17. Kapuzinerpilz (Boletus scaber).

18. Königspilz (Boletus regius).

19. Kuhpilz (Boletus bovinus).

20. Schmerling (Boletus granulatus).

21. Ziegenlippe (Boletus subtomentosus).

22. Butterpilz (Boletus luteus).
23. Schafeuter (Polyporus ovinus).
24. Eichhaase (Polyporus umbellatus, P. ramosissimus).
25. Semmelschwamm (Polyporus confluens, P. artemidorus).
26. Klapperschwamm (Polyporus frondosus).
27. Leberschwamm Rindszunge (Fistulina hepatica).
28. Stoppelschwamm (Hydnum repandum).
29. Habichtschwamm (Hydnum imbricatum).
30. Schöne Bärentatze (Clavaria formosa).
31. Gelbe Bärentatze (Clavaria flava).
32. Trauben-Bärentatze, Ziegenbart (Clavaria Botrytis).
33. Ziegenbart, Krause Glucke (Sparassis crispa).
34. Speise-Morchel (Morchella esculenta).
35. Essbare Lorchel (Helvella esculenta).
36. Essbare Trüffel Schwarze, echte Trüffel, Perigordtrüffel (Tuber melanosporum, T. cibarium).
37. Weisse Trüffel (Chaeromyces maeandriformis Vitt, Tuber album).

OBST.

663. — Als *Obst* sind alle, theils in frischem Zustande zur Verwendung kommende, theils getrocknete oder sonstwie genussfähig oder haltbar gemachte Früchte und Samen zu verstehen, die durch einen Gehalt an Zucker, organischen Säuren, Pectinstoffen, beziehungsweise Eiweisskörpern und Fetten ausgezeichnet sind und zumeist schon seit altersher von den Menschen genossen werden.

Hieher werden auch die sogen. « Süd-früchte » gerechnet.

Alles in frischem oder getrocknetem Zustande zur Verwendung gelangende Obst muss vollständig reif, beziehungsweise überreif (wenn nicht eine besondere Angabe anderes vorschreibt) und vollständig rein, d. h. frei von Staub, Erde, Sand, namentlich von Excrementen der Thiere (Insecten etc.) und dgl. sein.

Unreifes, faules, mit fauligen Flecken versehenes, schimmeliges oder durch Zersetzungen verändertes, äusserlich verletztes (angebrochenes, angeschnittenes), von Insecten und derens Larven oder von anderen Thieren angegriffenes, künstlich gefärbtes, übel riechendes Obst ist als zum Genusse für den Menschen untauglich, zum Verkaufe nicht zulässig.

Bei der Beurtheilung des Obstes ist nebst Fetstellung der Identität hauptsächlich dessen Genussfähigkeit, die aus dem Zustande zu erkennen ist, in welchem sich das Obst befindet, zu berücksichtigen.

Aepfel enthalten 80—87 p. c. Wasser, 4 bis 16 p. c. Zucker (Invert- und Rohrzucker), Pflanzensäuren, insbesondere Aepfelsäure, Eiweisstoffe und Pectinkörper; letztere bewirken das Gelatiniren des Aepfelmuses.

Die *Birnen* enthalten weniger Säure als die Aepfel und meist mehr Zucker und Pectinkörper.

Quitten sind besonders reich an Pectinkörpern.

Mispeln enthalten Spuren von Alcohol, in der Trockensubstanz 36 p. c. Zucker und geben wegen des hohen Gehaltes an Pectinkörpern einen sehr leicht gelatinirenden Saft.

Der saftreiche Fruchtbrei der *Limonen* enthält bis 8 p. c. Citronensäure, ausserdem Gummi, Zucker, Eiweissstoffe, etc.

Den *Blutorangen* sollen mitunter gewöhnliche Orangen unterschoben werden, die mittelst Einspritzung eines rothen Farbstoffes innen roth gefärbt worden sind.

Der gehalt an Zucker des *Johannisbrod* beträgt über 60 p. c.; ausserdem sind stickstoffhaltige Substanzen (über 4 p. c.) Pectinkörper, Fett, Gummi, etc., enthalten.

Getrocknete *Pflaumen* enthalten über 44 p. c. Zucker und über 2.5 p. c. freie Säure.

Kirschen enthalten bis 18 p. c. Zucker und 2 p. c. Apfelsäure.

Rothe Johannisbeeren enthalten Apfel- und Citronensäure (über 2 p. c. freie Säure), Zucker (über 6 p. c.), Pectinstoffe, etc.

Bananen enthalten über 73 p. c. Wasser, bei 20 p. c. Zuc-

ker, bei 5 p. c. stickstoffhaltige Körper und ausserdem den Rohzucker invertirende Fermente (z. B. Invertase).

Himbeeren enthalten Apfel- und Citronensäure, 4.5 p. c. Zucker, Spuren eines ätherischen Oeles u. s. w.

Schwarze Maulbeeren enthalten 85 p. c. Wasser, 9 p. c. und darüber Zucker, gegen 2 p. c. Pflanzensäuren, ferner Pectinstoff, Eiweiss, etc.

Wichtigster Bestandtheil der *Feigen* : Traubenzucker (50 p. c. und darüber); ferner enthalten sie Schleim, Fett, Stickstoffsubstanzen.

Fettgehalt der *Haselnüsse* : bis 66 p. c.

Wallnüsse enthalten über 60 p. c. Fett und circa 16 p. c. Stickstoffsubstanzen.

Das mitunter übliche Schönen der Nüsse durch Schwefeln ist unzulässig.

Bittere Mandeln enthalten das krystallisirbare Glycosid Amygdalin, das durch die Einwirkung der ebenfalls in den Samen enthaltenen Eiweisskörper (insbesondere des Emulsins) und des Wassers in Bitermandelöl, Traubenzucker und die sehr giftige Blausäure zerfällt.

Die Verwendung der bitteren Mandeln ist nur eine beschränkte, nach Art eines Gewürzes, um gewissen Speisen Geruch und Geschmack des Bittermandelöles zu ertheilen; bei dem Gebrauch derselben ist Vorsicht nothwendig.

Oelgehalt der *Mohnsamen* : 50 p. c. und darüber.

Gehalt der *Erdnüsse* an Oel : bis 42 p. c.; an Eiweisskörpern, bis 28 p. c.

GEWÜRZE.

664. — Unter Gewürzen im engeren Sinne (Pflanzengewürze) versteht man Pflanzen und Pflanzentheile, welche wegen ihres Gehaltes an besonderen Stoffen (zumeist ätherischen Oelen) geeignet sind, den Speisen einen angenehmen, Appetit erregenden Geschmack und Geruch zu ertheilen und die Verdaulichkeit der Speisen zu erhöhen.

Die im ganzen Zustande zu Verkauf kommenden Gewürze müssen unversehrt, möglichst egal in Farbe, Grösse und äusserer Gestalt, möglichst frei von Bruchwaare, von anderen Pflanzentheilen (Stielen, Stengelstücken,etc.), von Sand, Staub und sonstigen Verunreinigungen sein; sie dürfen ferner nicht schimmelig, faul, beregnet, havarirt, von Insecten, deren Larven und anderen Thieren nicht zerfressen (angestochen) sein und keinen höheren Wassergehalt besitzen, als er der lufttrockenen Waare zukommt.

Ein kleiner, bei einzelnen Gewürzen festzustellender Procentgehalt von Pflanzentheilen, die durch das Einsammeln der Waare in dieselbe gelangen, kann gestattet werden.

Eine auch nur theilweise Extraction der würzenden Substanzen ist nicht erlaubt; die Gewürze müssen daher ihren specifischen Geschmack und Geruch in entsprechendem Maasse besitzen.

Gepulverte Gewürze sind ausserordentlich häufig mit mannigfachen mineralischen und hauptsächlich vegetabilischen Abfällen und Nebenproducten, die meist von der Herstellung der Nahrungs- und Genussmittel herrühren, verfälscht oder künstlich aufgefärbt.

Auch ganze Gewürze werden durch künstliche Nachahmungen gefälscht (oder sind künstlich aufgefärbt).

Die Verfälschungsmittel der gepulverten Gewürze vegetabilischen Ursprunges sind Mehl und Kleiesorten verschiedener Abstammung, Backwaaren, verschiedene Pflanzentheile, besonders häufig die Oelkuchen und die Matta (d. i. ein fabriksmässig hergestelltes Pulver aus grösstentheils ganz werthlosen Pflanzentheilen, hauptsächlich Hirsekleie und gedörrte Birnen).

Die mineralischen Beimengungen bezwecken sowohl eine Substanzvermehrung, als auch eine Gewichtserhöhung oder auch eine Verbesserung der Farbe. — Als solche werden Kreide, Gyps, Schwerspath, Erde (Gartenerde), Graphit, Kohle, Hochofenschlacke, Torf, Ziegelstaub, Eisenoxyd, Thon, selbst Bleichromat, Mennige und Asche verwendet.

Durch die Aschenbestimmung und die chemischen Reactionen sind die Art und Menge der Verfälschung zu constatiren.

Ingwer (Ingber).

665. — *Definition.* — Der gewaschene, einfach getrocknete, oder der von den äusseren Gewebsschichten vollständig oder grösstentheils befreite und getrocknete Wurzelstock der Ingwerpflanze, Zingiber officinale.

666. — *Chemisches Verhalten.* — Der Aschengehalt soll nicht über 8 p. c. und nicht weniger als 1.5 p. c. betragen.

Der mittlere Gehalt an ätherischem Oel beträgt 2 p. c. der lufttrockenen Waare.

667. — *Verfälschungen.* — Extrahirter Ingwer (als Abfallsproduct bei seiner technischen Verwerthung erhalten), durch den sehr geringen Gehalt an ätherischem Oel und an Asche gekennzeichnet, ist als Gewürz unbrauchbar.

Kalmus.

668. — *Definition.* — Der getrocknete Wurzelstock von Acorus Calamus.

669. — *Chemisches Verhalten.* — Der Gehalt an ätherischem Oel der ungeschälten Waare beträgt über 2 p. c.

Zimmt.

670. — *Definition.* — Die von den äusseren Gewebsschichten ganz oder theilweise befreite und getrocknete Astrinde mehrerer Arten der Lauraceen-Gattung, Cinnamomum.

Cassien-Zimmt.

Gemeiner Zimmt des Handels.

671. — Was als gemeiner Zimmt, Zimmt schlechtweg verkauft wird, ist in der Regel ein Gemenge verschiedener Zimmtrinden, von denen sich schon äusserlich eine gelbbraune Sorte als bessere Waare und eine rothbraune als minder gut gehaltene unterscheiden lassen; erstere stammt vorwaltend von Cinnamomum Cassia (Chinesischer Z., echte Zimmtcassie), letztere von Cinnamomum Burmanni Blume und anderen Arten.

672. — *Chemisches Verhalten.* — Alle Zimmtsorten enthalten durchschnittlich 1 p. c. äth. Oel, etwa 4 p. c. Stärke, bis 8 p. c. Schleim und gewöhnlich 3 p. c. Asche.

Das alkoholische Extract (Alkohol von 0.833 spec. Gew.) beträgt mindestens 18 p. c.

Der Aschengehalt soll 5 p. c. nicht übersteigen, die Menge der in Salzsäure unlöslichen Aschenbestandtheile höchstens 1 p. c. betragen, die Asche grauweiss sein.

673. — *Verfälschungen.* — Zimmtpulver wird durch Beimischung von gepulverten Chips (das sind die bei der Ceylonzimmt-Ernte gewonnenen Abfälle und Spähne, also Aussenrinde, Mittelrinde und Holzkörper, sowie die abgeschnittenen, noch mit der behaarten Oberhaut versehenen Zweigspitzen), und von anderen pulverförmigen Körpern häufig verfälscht. Als solche sind Mehl und Kleie der Cerealien, Semmelbrösel, Steinschalen verschiedener Früchte, Rinden- und Holzpulver und insbesondere die sogenannte Zimmt-Matta (Vgl. Allg. Bem. « Matta ») sowie Eisenocker und andere mineralische Stoffe in Verwendung. Des äth. Oeles mittelst Wasserdampfes oder Alkohol beraubter Zimmt dient ebenfalls zur Beimischung; bei ersterem können die gequollenen Stärkekörner auf die Extraction hinweisen.

Majoran.

Mairan, Magran.

674. — *Definition.* — Das meist zu einem groblichen Pulver zerkleinerte, getrocknete, blühende Kraut von Origanum Majorana.

675. — *Chemisches Verhalten.* — Majoran enthält durchschnittlich 1 p. c. ätherisches Oel.

Der Aschengehalt ist verschieden, je nachdem die Waare aus der ganzen Pflanze oder nur aus den Blättern besteht.

Ausserdem ist Majoran immer mit Erde und Staub verunreinigt (durch das Einsammeln, etc.), soll daher immer vor dem Trocknen sorgfältig gereinigt (gewaschen) werden. Geschnittener und gepulverter Majoran soll höchstens 10 p. c. Asche mit 2 p. c. in Salzsäure unlöslichen Bestandtheilen (sogenanntem « Sand »); Blättermajoran, höchstens 15 p. c. Asche mit 2.5 p. c. « Sand » enthalten.

Saturei.

Bohnenkraut, Wurstkraut, Pfefferkraut, « Beizkräutel », « Sodarei ».

676. — *Definition.* — Das getrocknete blühende Kraut von Satureja hortensis.

677. — *Beurtheilung.* — Es muss gefordert werden, dass zum Verkaufe nicht blos der Stengel mit den nackten Zweigen kommt, was auf eine alte, viel herumgeworfene (meist auch verstaubte) Waare hinweist.

678. — *Chemisches Verhalten.* — Der Aschengehalt beträgt 10 p. c. mit 0.5 p. c. « Sand ».

Thymian.

Gartenthymian, Welscher Quendel, Kuttelkraut.

679. — *Definition.* — Die getrockneten, Blätter und Blüthen tragenden Astspitzen von Thymus vulgaris.

680. — *Chemisches Verhalten.* — Gehalt an äth. Oel 1/2 bis 1 p. c.; das Oel scheidet in der Kälte Thymol in Krystallen aus.

Der Aschengehalt beträgt 8 p. c. mit 2 p. c. « Sand ».

Salbeiblatter.

681. — *Definition.* — Die sowohl frisch, wie getrocknet verwendeten Blätter von Salvia officinalis.

682. — *Chemisches Verhalten.* — Salbeiblätter enthalten bis 1.5 p. c. gelbes oder grünliches äth. Oel, welches nach dem Standorte und der Cultur eine verschiedene chemische Beschaffenheit besitzt.

Der Aschengehalt beträgt 10 p. c. mit 1 p. c. « Sand ».

683. — *Verwechslungen* können mit den Blättern des wilden S. (Salvia silvestris) und des Wiesensalbei (S. pratensis) geschehen.

Lorbeerblatter.

684. — *Definition.* — Die getrockneten Blätter von Laurus nobilis.

685. — *Chemisches Verhalten.* — Gehalt an äther. Oel 1/3 p. c.; Gerbstoff reichlich.

686. — *Beurtheilung.* — Die Lorbeerblätter sollen grün

und möglichst unversehrt oder höchstens zum Theil in grösseren Bruchstücken verkauft werden.

Kappern.

Kapern, Kaperl.

687. — *Definition.* — Die pfeffer- bis erbsengrossen, noch ganz geschlossenen, abgewelkten, in Essig und Salz oder in Salz allein eingemachten Blüthenknospen des Kappernstrauches (Capparis spinosa).

688. — *Chemisches Verhalten.* — Kappern enthalten etwa 0.5 p. c. Rutinsäure (Rutin).

In der Trockensubstanz aus eingemachten Kappern sind in Maximo 30 p. c. Stickstoffsubstanzen und 5 p. c. Fett enthalten.

689. — *Beurtheilung, Beimengungen, Verfälschungen.* — Gute Kappern müssen grün, noch vollständig geschlossen und rund, nich zerdrückt oder theilweise offen sein ; alte, verdorbene Kappern sind weich, nicht selten bräunlich schwarz gefärbt und geben beim Zerdrücken häufig eine schwärzliche, körnige Masse. Die Kappern dürfen nicht mit Kupfer- oder anderen Metallsalzen gefärbt sein.

Nicht selten findet man unter den Kappern die unreifen, schotenförmigen Früchte des Kappernstrauches, die übrigens in etwas reiferem Zustande gleich den Kappern als « Cornichons de caprier » eingemacht werden.

Anstatt der Kappern werden nachstehend aufgezählte, in ähnlicher Weise zubereitete, zum Theil entschieden gesundheitschädliche Pflanzentheile in den Handel gebracht :

1° Die deutschen Kappern (Ginster- oder Geisskappern) ; sie sind die Blüthenknospen des Besenginsters (Sarrothamnus scoparius) ;

2° Die kugelig-dreiseitigen Blüthenknospen der Kapuziner-Kresse (Tropaeolum majus) ;

3° Die Knospen der Dotterblume (Caltha Palustris) ; sie sind verdächtig ;

4° Die unreifen Früchte des kleinen Springkrautes (Maulwurfkrautes), Euphorbia Lathyris. Sie sind giftig.

Gewürznelken.

Gewürznagerl.

690. — *Definition.* — Die getrockneten Blüthenknospen des Gewürznelkenbaumes, Jambosa Caryophyllus (Caryophyllus aromaticus).

691. — *Chemisches Verhalten.* — Der Gehalt an ätherischem Oel schwankt zwischen 8 bis 25 p. c. Eine gute Sorte soll mindestens 15 p. c. äth. Oel enthalten.

Der Gerbstoffgehalt erreicht 13 p. c., der Wassergehalt darf 9 p. c., der Aschengehalt 8 p. c., der Gehalt an in Salzsäure unlöslichen Bestandtheilen der Asche 1 p. c. nicht übersteigen.

692. — *Beurtheilung.* — Gute Gewürznelken müssen im Wasser untersinken, wohlerhalten sein, d. h. jedes Stück sein Köpfchen, die nelkenbraune Farbe, den kräftigen Geruch und Geschmack besitzen, nicht geschrumpft und nicht stark gekrümmt sein ; drückt man den Unterkelch mit einem harten Gegenstand, z. B. mit dem Fingernagel, so muss die verletzte Stelle sofort fettig glänzen. Fehlt das Köpfchen vielen oder gar den meisten Stücken, sind diese leicht, mager, stark geschrumpft, dunkel, fast schwarz gefärbt, tritt bei der Nagelprobe kein Oel heraus, so ist die Waare schon sehr alt und viel herumgeworfen oder durch Destillation ihres Oeles beraubt worden.

693. — *Verfälschungen.* — Ganze Gewürznelken werden durch Kunstproducte nachgeahmt (Kunstnelken), welche aus

mit Rindenpulver braungefärbtem Teig oder aus einer weichen, mit Nelkenöl getränkten Holzart hergestellt werden.

Nelkenpulver wird mit verschiedenen pulverigen Substanzen, insbesondere mit gepulverten Nelkenstielen verfälscht.

Nelkenstiele sind die Verzweigungen des trugdoldigen, dreimal-gedreiten Blüthenstandes des Gewürznelkenbaumes und enthalten 5 bis 6 p. c. äth. Oel, zu Dessen Darstellung sie hauptsächlich verwendet werden.

Zur Substitution der Gewürznelken dienen auch die Mutternelken.

Zimmtblüthen.

Cassienblüthen.

694. — *Definition.* — Die nach dem Verblühen gesammelten und getrockneten Blüthen eines Zimmtbaumes (wahrscheinlich Cinnamomum Cassia).

Safran.

Crocus.

695. — *Definition.* — Die getrockneten Narben der Safranpflanze (Crocus sativus).

696. — *Chemisches Verhalten.* — Der Wassergehalt soll 15 p. c. nicht überschreiten, der Gehalt an rein weisser Asche höchstens 8 p. c. betragen, wovon 60 p. c. in Wasser, 29 p. c. in Salzsäure löslich sind.

Der in den Zellen des Grundgewebes enthaltene und daselbst prachtvoll rothe Farbstoff, der wichtigste chemische Bestandtheil, Safrangelb (Crocin, Polychroit) genannt, löst sich in Wasser sofort, in Alkohol und Alkalien langsamer mit gelber Farbe; conc. Schwefelsäure färbt ihn anfänglich blau, dann violett, zuletzt braun; er wirkt so kräftig, dass 0,001 gr. Safran noch 3 l. Wasser schön gelb färbt. Ferner enthält

Safran das Safranbitter (Picrocrocin), etwa 10 p. c. äther. Oel, den Riechstoff des Safrans und ein kryst. Glycosid, welches mit Salzsäure behandelt, in Zucker und Crocetin sich spaltet. Die Menge des auf diese Weise gewonnenen Crocetins soll mindestens 9 p. c. betragen.

697. — *Beimengungen, Verfälschungen.* — 1° Griffel dürfen höchstens bis 10 p. c. beigemengt sein.

2° Die Fälschungen sind dreierlei Art :

a) Extrahirung des echten Safrans und künstliche Auffärbung.

Der Nachweis der Extrahirung geschieht mittelst mikroskopischer Untersuchung, Probefärbung mit Wasser, Einlegen in conc. Schwefelsäure (jedes Partikel muss sich mit einer blauen Zone umgeben).

Die künstliche Auffärbung mit rothen und gelben Theerfarbstoffen, darunter das sog. Safransurrogat (Dinitrokresol), wird durch die chemische Untersuchung nachgewiesen.

b) Beschwerung mit Baryumsulfat, Gyps, Kreide und anderen mineralischen Stoffen, häufig zugleich Anfeuchtung mit Glycerin, Honig, Syrup. — Nachweis der mineralischen Stoffe durch die Aschenbestimmung und durch die Analyse des im Wasser entstandenen Sedimentes. Die Anfeuchtungs-, beziehungsweise Klebemittel geben dem Safran eine fettige oder schmierige Oberfläche.

c) Beimischung fremder Körper oder vollständiger Ersatz des echten Safrans durch dieselben :

α) Ganzer Safran wird vermischt mit den Staubgefässen der Safranpflanze und anderen Crocus-Arten, mit Safrangriffeln (im Handel auch Feminell genannt), mit Ringelblumen, Saflor, Maisgriffeln, Malzkeimen, im Dunkeln gezogenen Wickenkeimpflanzen, Lauchwürzelchen, Riedgrashalmen und -Blättern und anderen künstlich gefärbten und beschwerten Pflanzentheilen. Zum Nachweise derselben genügt in den meisten Fällen die morphologische Untersuchung.

β) Gepulverte Safranwaare wird durch die Pulver der genannten Pflanzentheile, durch Curcumapulver, rothes San-

delholz, gepulverten Piment, Paprika und Theerfarben gefälscht. Nachweis durch die mikroskopische bezw. chemische Untersuchung.

Vanille.

698. — *Definition.* — Die nahezu ausgewachsenen, aber nicht völlig ausgereiften, auf verschiedene Weise getrockneten Kapselfrüchte von Vanilla planifolia.

699. — *Chemisches Verhalten.* — Der wesentlichste Bestandtheil, das Vanillin, ist bis 4.5 p. c. enthalten; eine gute Sorte soll mindestens 2 p. c. enthalten.

Wassergehalt : 20 bis 28 p. c.

Aschengehalt darf 5 p. c. nicht übersteigen.

700. — *Verfälschungen.* — 1° Extrahirung der echten Vanille. Solche des Vanillins beraubte Waare wird mitunter mit Perubalsam bestrichen, manchmal mit Benzoësäurekrystallen bestreut;

2° Substitution durch Vanillesorten anderer Abstammung, z. B. durch die La-Guayra-, Pompona- und brasilianische Vanille.

Das künstliche Vanillin darf nicht als Ersatz der Vanille betrachtet werden.

Pfeffer

701. — *Definition.* — Unter *schwarzem Pfeffer* versteht man die vor der völligen Reife gesammelten, also noch grünen, rasch getrockneten Beerenfrüchte des Pfefferstrauches (Piper nigrum).

Unter *weissem Pfeffer* versteht man die im Wasser erweichten, hierauf getrockneten und von den äusseren Gewebeschichten befreiten reifen Beeren des Pfefferstrauches.

702. — *Chemisches Verhalten.* — a) *Des schwarzen Pfeffers :*

Gehalt an Stärke, nicht unter 30 p. c.;
Gehalt an Wasser, höchstens 15 p. c.;
An ätherischem Oel, mindestens 1 p. c.;
An Piperin, mindestens 5 p. c.;
An Asche, höchstens 5 p. c., einschliesslich 2 p. c. Sand (in Salzsäure unlöslich);
An Rohfaser, höchstens 14 p. c.;

b) *Des weissen Pfeffers :*

Gehalt an Stärke, nicht unter 40 p. c.;
An Wasser, höchstens 15 p. c.;
An ätherischem Oel, mindestens 0.8 p. c.;
An Piperin, mindestens 5 p. c.;
An Asche, höchstens 3 p. c.;
An Rohfaser, höchstens 7 p. c.

703. — *Verfälschungen.* — Ganzer schwarzer und weisser Pfeffer werden durch künstlich aus Teig verfertigte Körner (sog. Kunstpfeffer) nachgeahmt. Es könnten auch Beerenfrüchte anderer Pflanzen zur Verfälschung dienen.

Pfefferpulver ist sehr häufig verfälscht, namentlich mit Mehl- und Kleie-Sorten (sog. Pfeffermatta), Brotbröseln, Schalen und Schalentheilen verschiedener Früchte, Oelkuchen, wie Palmkern-, Leinsamenkuchen, Olivenkerne (Pepperette, Poivrette), etc., mit Dattelkernen, Wachholder, Eicheln, Holzpulver, Rindenpulver, mineralischen Zuzätsen (Sand, Schwerspath, Gyps); ferner mit den Pfefferfruchtspindeln und dem Pfefferabfall (die bei der Gewinnung des weissen Pfeffers abfallenden äusseren Perikarpschichten), etc.

Verfälschungen mit den angeführten organisirten Mitteln werden am leichtesten mit dem Mikroskope, die mineralischen Zusätze durch die Aschenbestimmung nachgewiesen.

PIMENT.

Nelkenpfeffer, Neugewürz, Englisch Gewürz, Gewürzkörner.

704. — *Definition.* — Die noch nicht völlig reifen, getrockneten Früchte von Pimenta officinalis.

705. — *Chemisches Verhalten.* — Aetherisches Oel : im Mittel 3 p. c. (Hauptbestandtheil desselben : Eugenol);

Der Aschengehalt soll 6 p. c. nicht übersteigen.

706. — *Surrogate, Verfälschungen.* — Als Surrogate sind die ähnlichen Früchte von Myrcia acris zu nennen, welche an dem fünftheiligen Kelchsaum leicht kenntlich sind.

Die Verfälschungen betreffen hauptsächlich das Pulver. Hiezu werden nebst den bei Pfeffer angeführten, noch insbesondere gemahlene gedörrte Birnen (Pimentmatta), Gewürznelkenstiele, die Fruchtstiele des Piments, rothes Sandelholz, Haselnuss- und Wallnussschalen, die bei der Knopferzeugung gewonnenen und braun gefärbten Abfälle der Steinnuss (vegetabilisches Elfenbein) u. ä. verwendet.

PAPRIKA.

707. — *Definition.* — Unter Paprika versteht man das Pulver der reifen Früchte verschiedener grossfrüchtiger Capsicum-Arten, insbesondere Capsicum longum und Capsicum annuum.

708. — *Chemische Verhalten.* — Paprika enthält die scharfschmeckende Substanz Capsaïcin, welche nachweisbar in der Zellwand der Oberhaut der Samenträger entsteht, Fett und in der Regel 5 p. c. einer graugrünlichen Asche; der Aschengehalt soll 6 p. c. nicht übersteigen.

709. — *Verfälschungen.* — Dieselben geschehen mit verschiedenen Mehl- und Kleie-Arten (insbesondere Mais-, Wickenmehl, Roggen-, Gersten- und Hirsekleie), gepulv. Baumrinde (Eichenrinde), Coniferenholz, roth. Sandelholz, Oelkuchen, Mandelkleie, Curcuma, Zwieback, Ocker, Mennige, mit Ziegelmehl, Schwerspath und rothen Theerfarben.

Hie und da soll auch ein Zusatz von Fett stattfinden.

Cayennepfeffer.

710. — *Definition.* — Die gepulverten Früchte kleinfrüchtiger Capsicum-Arten, insbesondere Capsicum fastigiatum, Capsicum frutescens, Capsicum baccatum, etc.

Amerikanischer Cayennepfeffer ist ein Gemisch von Getreidemehl, Cayennepfeffer und Wasser, welches gebacken und gemahlen wird.

711. — *Verfälschungen* :

Siehe Paprika.

Mutternelken.

Anthophylli.

712. — *Definition.* — Die reifen Früchte des Gewürznelkenbaumes. (S. Gewürznelken.)

Kümmel.

Kimm.

713. — *Definition.* — Die getrockneten Spaltfrüchte von Carum Carvi.

714. — *Chemisches Verhalten.* — Der Gehalt an ätherischem Oel nach Sorte und Reifezustand wechselnd, von 3 bis 7 p. c.

Aschengehält, 5 bis 6 p. c.; soll 7 p. c. nicht überschreiten.

715. — *Beimengungen.* — Solche (wohl nur zufällige) bestehen aus ähnlichen Früchten wildwachsender Doldenpflanzen.

Römischer Kümmel.

Mutterkümmel, Kreuzkümmel.

716. — *Definition.* — Die getrockneten Spaltfrüchte von Cuminum Cyminum.

717. — *Chemisches Verhalten.* — Gehalt an ätherischem Oel : 2 bis 3 p. c.

Aschengehalt der reinen Waare : 6 p. c.

Fenchel.

Fenigl.

718. — *Definition.* — Die getrockneten, reifen Spaltfrüchte von Foeniculum vulgare.

719. — *Chemisches Verhalten.* — Gehalt an ätherischem Oel, 3 bis 6 p. c.; soll nicht unter 3 p. c. sinken.

Der Aschengehalt der reinen Waare beträgt 5 p. c. und soll 10 p. c. nicht übersteigen.

720. — *Beimischungen.* — Die Handelswaare enthält fast regelmässig die Früchte des sog. römischen Fenchels, wahrscheinlich einer südlichen Abart des gemeinen Fenchels, beigemischt.

Anis.

Aneis.

721. — *Definition.* — Die getrockneten Früchte von Pimpinella Anisum.

722. — *Chemisches Verhalten.* — Gehalt an ätherischem Oel : 2 bis 3 p. c.

Der Aschengehalt soll 10 p. c. nicht übersteigen, beträgt in der Regel 5 bis 8 p. c.

723. — *Verunreinigungen und Verfälschungen.* — Die Handelswaare ist fast niemals rein, sondern mit den Doldenstielchen und anderen Theilen der Anispflanze, insbesondere aber mit Staub, Erde u. s. w. meist in hohem Maasse verunreinigt.

Es soll daher nur gut abgesiebte Waare in den Handel kommen.

Verfälschungen mit kleinen Thonkörnern und Steinchen lassen sich schon an dem viel höheren Gewichte der Körner, etc., feststellen.

Die wohl zufällige Beimischung der giftigen Schierlingsfrüchte (von Conium maculatum) zu Anis ist mehrmals beobachtet worden.

Koriander.

724. — *Definition.* — Die getrockneten Spaltfrüchte von Coriandrum sativum.

725. — *Chemisches Verhalten.* — Gehalt an ätherischem Oel : 0.6 bis 0.9 p. c.

Der Aschengehalt beträgt zumeist 5 p. c., soll 6 p. c. nicht überschreiten.

726. — *Verunreinigungen.* — In der Handelswaare sind mitunter kleine, unreife, schwärzliche Früchte und Doldenstielchen enthalten.

Macis.

Muskatblüte.

727. — *Definition.* — Der getrocknete Samenmantel von Myristica fragrans.

728. — *Chemisches Verhalten.* — Gehalt an ätherischem Oel, 4 bis 9.5 p. c.; soll nicht unter 4 p. c. sinken.

Fettgehalt : höchstens bis 35 p. c.

Aschengehalt, höchstens 2.5 p. c.; in Salzsäure unlösliche Bestandtheile, höchstens 0.5 p. c.

729. — *Verfälschungen.* — Ganze (nicht gepulverte) Macis wird durch die unechte, fast geruchlose, sogenannte Bombay-Macis und durch die Papua-Macis verfälscht.

Muscatnuss.

730. — *Definition.* — Die Samenkerne des Muskatnussbaumes (s. Macis).

731. — *Chemisches Verhalten.* — Gehalt an äther. Oel : mindestens 2 p. c.;

An Fett, im Mittel 34 p. c.

Der Aschengehalt wechselt je nach der an den Samen haftenden Kalkmenge : kalkfreie Muscatnüsse liefern 2.7 p. c. Asche; bei kalkhältigen wurden im Maximum 6 p. c. Asche gefunden.

732. — *Verfälschungen und Surrogate.* — Als Surrogate werden die langen oder männlichen Muscatnüsse (von Myristica argentea u. a. Myristica-Arten).

Von Insecten angestochene, angebrochene oder schimmelige Waare ist vom Handel auszuschliessen.

Senf.

733. — *Definition.* — Senf, Tafelsenf, Speisesenf ist ein aus den Samen verschiedener Senfpflanzen hergestelltes Pulver oder ein unter Zugabe von Weinmost oder Weinessig zubereiteter, mitunter noch mit verschiedenen Gewürzen (auch

mit Sardellen und Anchovis) versetzter, scharf schmeckender Brei (Conserve).

Die zur Herstellung des Senfes dienenden Senfsamen sind :

1. Der weisse Senf von Sinapis alba;
2. Der schwarze Senf van Brassica nigra;
3. Der Sarepta-Senf von Sinapis juncea.

734. — *Chemisches Verhalten.* — Weisser Senf gibt mit Wasser zusammengerieben einen scharf schmeckenden, aber nicht riechenden Körper, das Sinalbinsenföl oder Schwefel-Cyanakrinyl; schwarzer Senf das brennend scharf schmeckende und durchdringend scharf riechende ätherische Senföl. Beide Senfarten sind reich an fettem Oel (bis 30 p. c.). Das englische Senfmehl vom Sarepta-Senf ist des fetten Oeles beraubt.

Der Aschengehalt der reinen Senfmehle beträgt 4 p. c., soll 5 p. c. nicht übersteigen.

735. — *Verfälschungen.* — Substitutionen der Senfsamen durch die ähnlich aussehenden Samen anderer Kohl- und Senf-Arten, (z. B. die sog. indische Gelbsaat) sind beobachtet worden.

THEE.

736. — Unter *Thee* (chinesischem, russischem Thee) versteht man die in eigenthümlicher Weise zubereiteten Blätter des Theestrauches, Camellia Thea *(Thea chinensis)*.

Die Handelsware besteht nur aus den unentfalteten (Blattknospen) oder aus den mehr oder weniger entwickelten Blättern.

Die frisch geernteten Blätter werden durch einen Röstprocess zu grünem Thee oder wenn dem Röstprocess noch ein Welkenlassen der Blätter vorangegangen ist, zu schwarzem Thee verarbeitet.

737. — *Färbungen und Fälschungen des Thees.* —

Färbungen mit Catechu und Campêche lassen sich im wässerigen Extract, mineralische Zusätze in der Asche nachweisen.

Eine Beimengung von ausgelaugtem Thee ist nur dann erwiesen, wenn der Extract-gehalt, der Gerbstoffgehalt und der in Wasser lösliche Antheil der Asche auffallend vermindert erscheinen.

738. — Der *Wassergehalt* wird bestimmt durch Trocknen des Thee bei 100° C. bis zur Gewichtsconstanz.

Guter Thee darf nicht über 10 p. c. Wasser enthalten.

739. — Das *wässerige Extract* wird bestimmt durch vollständiges Auslaugen des Thees mit heissem Wasser, Trocknen und Wägen des ausgelaugten Rückstandes. Als Extract gilt die durch heisses Wasser ausziehbare Trockensubstanz.

Dieselbe beträgt mindestens 33 p. c.

740. — Der *Gerbstoff* wirdt bestimmt nach der Löwenthal'schen, von Neubauer verbesserten Methode oder nach der Hautpulver-Methode, wobei nach Entfernung des Gerbstoffes das verbleibende Extract gewichtsanalytisch zu bestimmen ist.

Grüner Thee darf nicht unter 10 p. c., schwarzer Thee nicht unter 7.5 p. c. Gerbstoff enthalten.

741. — Guter Thee darf höchstens 7 p. c. *Asche* (einschliesslich Sand) enthalten, von welcher circa die Hälfte in Wasser löslisch sein muss.

Theestaub enthält circa 10 p. c. Asche (einschliesslich Sand) und darüber.

742. — *Coffeïn (Theïn)* wird bestimmt nach Hilger.

Gute Theesorten enthalten im Mittel 2 p. c. Theïn, u. zw. schwarzer Thee mehr, grüner Thee weniger; keinesfalls darf der Gehalt an Theïn unter 0.5 p. c. sinken.

KAFFEE.

743. — *Definition.* — Unter *Kaffee* versteht man die fast gänzlicht von der inneren Samenhaut befreiten Samen der echten Kaffeepfllanze (*Coffea arabica*).

Der *Kaffeesame* (Kaffeebohne) besteht fast nur aus dem Nährgewebe (Endosperm oder Sameneiweiss), in welchem der kleine Keim eingeschlossen ist.

744. — *Chemisches Verhalten.* — Der roh Kaffee ist auf fremde Farbstoffe und andere Schönungsmittel, sowie auf Chlor (durch Seewasser havarirter Kaffee) zu prüfen.

Guter gebrannt Kaffee darf nicht über 4 p. c. *Wasser* enthalten.

Wässeriges Extract, wie in Thee bestimmt, darf nicht unter 20 p. c. sinken. Die Asche darf nicht über 5 p. c. ausmachen und von derselben muss circa die Hälfte in Wasser löslich sein.

Coffeïn (nach der Methode Hilger bestimmt) beträgt im Durchschnitt 1.5 p. c.

Fett (durch Extraction mit Petroläther gewonnen) soll nicht über 16 p. c. betragen.

Zucker : durch Extraction mit 90 p. c. igem Alkohol und Inversion des Extractrückstandes zu bestimmen. Zucker ist als Invertzucker anzugeben. Der natürliche Gehalt des Kaffees an Zucker beträgt höchstens 2 p. c.

Sämmtliche genannte Zahlen beziehen sich auf Trockensubstanz.

745. — *Fälschungen des Kaffees.* — I. Nachahmungen der rohen und gebrannten ganzen Kaffeebohnen mit künstlich geformten Stoffen verschiedenster Abstammung. Solche Fälschungen sind an dem fehlenden Spalt (es ist höchstens eine flache Rinne vorhanden) und dessen natürlichem Inhalt (den Resten der inneren Samenhaut) an dem Querschnitte schon makroskopisch erkennbar.

2. Zuzätze von Fett, Vaselin oder Zucker (Syrup) während des Brennens (glasirter Kaffee) und Zusatz des Wassers nach dem Brennen (gespritzter Kaffee) bewirken theils eine Gewichtsvermehrung, theils eine Veränderung im Aussehen des Kaffees und sind nicht gestattet.

3. Zusatz von der (als Abfallproduct gewonnenen) inneren Samenhaut (Schilferhaut), von Bestandtheilen der Kaffee-Fruchtschale (Sacca) und von ausgelaugtem Kaffee (Kaffeesud, Kaffeesatz). — Die beiden ersteren Zusätze sind mikroskopisch, der letztere durch die Bestimmung des Extractes und des in Wasser löslichen Antheils der Asche nachzuweisen, nach dem die vorhergegangene mikroskopische Untersuchung das Fehlen anderer sogenannter Kaffeesurrogate ergeben hat. Kaffeesud hat in der Regel weniger als 10 p. c. Extract und in der Asche höchstens 6 p. c. in Wasser lösliche Bestandtheile.

4. Der Zuzatz von fremden Stoffen (Kaffeesurrogaten) ist bei gebranntem und gemahlenem « Kaffee des Handels » nicht gestattet. Mischungen von Kaffee mit Surrogaten gelten als Kaffee-Surrogate und sind als solche zu declariren.

KAFFEE-SURROGATE.

746.—Die sogenannten Kaffee-Surrogate sind in der Regel geröstete, häufig zerkleinerte Pflanzentheile verschiedener Abstammung. Dieselben dürfen nur unter solcher Bezeichnung in den Handel gebracht werden, dass diese sofort den Ursprung des Surrogates, d. h. den Rohstoff erkennen lässt.

Das Wesentliche der Kaffee-Surrogate liegt ausser in ihrer Färbekraft und dem Gehalt an Zucker, Dextrin, Stärke und deren Röstproducten in dem bitterlichbrenzlichen, den Absud von gebranntem Kaffee einigermassen nachahmenden Geschmack.

In den Handel gelangen als sog. Kaffee-Surrogate hauptsächlich folgende Stoffe :

1. Geröstete Cichorienwurzeln ;

2. Geröstete Feigen ;

3. Geröstete Getreidefrüchte (Cerealien), gemälzt oder ungemälzt, besonders Gerste.

Von allen Surrogaten muss gefordert werden, dass sie keinen höheren Wassergehalt bezitzen als 15 p. c., und keinen höheren Sandgehalt als 1 p. c. Bei den Cerealienkaffeesurrogaten ist anzustreben, dass sie unverkleinert in den Handel gebracht werden. Bei der mikroskopischen Untersuchung dürfen höchstens nur Spuren von unschädlichen Verunreinigungen, aber kernerlei auf eine Zersetzung der organ. Substanz hindeutende Mikroorganismen (Schimmelpilze, Bacterien u. dgl.) oder durch ein unreines Rohmaterial in das Surrogat gelangte ekelerregende Organismen (Käfer, Milben u. dgl.) nachgewiesen werden.

Cichorie.

747. — Die Wurzel des im Grossen cultivirten Wegwarts (Cichorium Intybus).

Der Extractgehalt, bestimmt durch Auslaugen der Substanz mit heissem Wasser und Wägen des unlöslichen Rückstandes, beträgt im Mittel 60 p. c., die Asche in der Regel 5 p. c.

Feigen.

748. — Die getrokneten Scheinfrüchte des Feigenbaumes (Ficus Carica) werden geröstet und gemahlen.

Der Extractgehalt beträgt bis 70 p. c., die Asche in der Regel 4 p. c.

Geröstete Getreidefrüchte (Cerealien).

Hauptsächlich Gerste, Malz, Roggen, Maiskaffee, im ganzen, unzerkleinerten Zustande.

749. — Der Extractgehalt soll nicht unter 25 p. c. sinken, die sandfreie Asche beträgt bis 7 p. c.

Anhang.

750. — Der sogenannte *Rübenkaffee*, hauptsächlich hergestellt aus den gerösteten Diffusionsschnitten der Zuckerfabriken, ist als Kaffee-Surrogat nicht zu gestatten. Dasselbe gilt von dem als Zusatz zu Kaffee oder Kaffee-Surrogaten in den Handel gebrachten gebrannten Zucker minderer Qualität.

CACAOBOHNEN UND CACAOFABRICATE.

751. — *Cacaobohnen :* die Samen des Cacaobaumes *(Theobroma Cacao).*

Der Gehalt des Samenkernes an den wichtigsten chemischen Bestandtheilen beträgt in Mittel :

Wasser 5 p. c.; — Fett (Cacaobutter) 50 p. c.; — Cacaoroth und Gerbstoff; —Theobromin 1,5 p. c.; — Eiweisskörper 11 p. c.; —Stärkemehl 10 p. c.; — Rohfaser 2 p. c ; — Mineralstoffe (hauptsächlich Kali und Phosphorsäure) 3,5 p. c.

Cacaomasse : Darunter versteht man die gleichmässig feine in der Wärme einen dünnen Teig bildende Masse, welche aus den vollständig enthülsten Cacaokernen fabriksmassig hergestellt wird.

Die Cacaomasse enthält dieselben chemischen Bestandtheile wie die enthülste Cacaobohne.

Der Aschengehalt darf 3,5 p. c., der Rohfasergehalt 3 p. c., der Stärkegehalt 10.5 p. c. nicht übersteigen. Der Fettgehalt beträgt 48 bis 52 p. c.

Cacaopulver (*Pudercacao, entölter Cacao, aufgeschlossener Cacao*) *:* Darunter versteht man das aus der gedämpften, präparirten oder auch unveränderten Cacaomasse durch Abpressen mindestens der Hälfte des vorhandenen Fettes, Mahlen und Absieben des gepressten Rückstandes erhaltene Pulver.

Das Cacaopulver soll bei einfachem Aufkochen mit der 20- bis 30 fachen Menge Wasser eine Vertheilung (Suspension) geben, in der keine Spur von Klumpenbildung bemerkbar ist, und welche nach minutenlangem Stehen keinen Bodensatz gibt. In dem Falle als ein Bodensatz sich ergibt, ist dieser mikroskopisch zu untersuchen.

Cacaopulver soll mehlfein gemahlen und gesiebt sein und darf bei einer Siebprobe durch feine Müllergaze (Nr. 12) nicht über 5 p. c. Siebrückstand geben.

Die chemische Zusammensetzung eines Cacaopulvers richtet sich nach dem Grad der Entfettung. Sind aus 100 Theilen Cacaomasse 30 Theile Fett abgepresst, wie dies in der Regel geschieht, so enthält das Cacaopulver :

30 p. c. Fett, 5 p. c. Asche, 3.5 p. c. Rohfaser, 13 p. c. Stärke.

Der Wassergehalt soll nicht über 6 p. c. betragen.

Das Fett soll reine Cacaobutter sein.

Schokolade (Chocolade) : Schokolade nennt man die mit weissem Rohrzucker (Raffinade, Pilé, Melis) gleichmässig verarbeitete Cacaomasse.

Die vollständig gleichförmige, in der Wärme teigartige Masse wird in Formen erkalten gelassen und bildet dann klingende fettglänzende Stücke von feinkörnigem oder dichtem Bruch (Tafelschokolade, Blockschokolade).

Eine gute Schokolade besteht aus 40 bis 50 p. c. Cacaomasse und 50 bis 60 p. c. Zucker.

Schocolade darf auch einen geringen Zusatz von unschädlichen würzenden Stoffen enthalten.

Beträgt die Summe von Cacaofett und Zucker in einer Schokolade über 85 p. c., so ist dieselbe als « versüsste Schokolade » zu bezeichnen; beträgt die Summe über 90 p. c., so soll die Schokolade als « stark versüsste » Schokolade bezeichnet werden.

Bei der Schokolade sollen nach Abzug des Zuckers alle übrigen Stoffe in demselben Mengenverhältnis und in derselben Beschaffenheit vorhanden sein, wie in reiner Cacaomasse. Eine Ausnahme hiervon machen die versüssten Schokoladen

insoweit, als sie bei der Fabrikation einen Zusatz von cacaobutter erfahren haben. Feine Sorten werden auch mit Zusatz von entöltem Cacao hergestelt.

Ungeformte Schokoladen, Schokoladenpulver, sollen denselben Bedingungen entsprechen.

Cacaosurrogate und Schokoladensurrogate : Cacaofabricate mit Mehlsusatz sind als Surrogate zu bezeichnen.

Andere Zusätze als Mehl sind unzulässig.

Abwesenheit von Cacaoschalen ist ebenso zu fordern.

Zu den Surrogaten sind auch die Gemische von cacaopulver, Zucker und Mehl zu rechnen.

Die Höhe des Mehlzusatzes ist vom Verkäufer an den Verkaufsobjecten deutlich ersichtlich zu machen.

Couverture (Überzugsmasse) : Darunter versteht man verschiedene, durch Zusatz von reiner Cacaobutter zur Schocolade hergestellte Fabricate (oder Gemische von Schokolade mit Cacaobutter und Cacaomasse), welche durch diesen Zusatz in der Wärme dünnflüssig sind und zum Uberziehen oder Ubergiessen von Conditorwaren dienen. Sämmtliche andere Zusätze (geröstete Haselnüsse oder Mandeln u. dgl.) sollen declarirt werden.

752. — *Fettbestimmung.* — Dieselbe erfolgt durch Extraction der mit einem indifferenten Körper (Sand) gemischten und getrockneten Substanz mittels reinen, absoluten (über Natrium destillirten) Athers oder Petroläthers. Cacaomasse und Schokolade müssen zu diesem Zwecke erst geschabt oder geraspelt werden.

753. — *Prüfung des Fettes.* — Bestimmung des Schmelzpunktes in der Kapillare (drei Tage nach der Einschliessung des Fettes). Reine Cacaobutter zeigt in der Regel einen Schmelzpunkt von 33° C.

Bestimmung der Jodzahl; bei reinem Cacaofett in der Regel 35,0.

Refractometrische Bestimmung : im Zeiss'schen Butter-Refractometer, bei 40° C, 46.5°.

754. — *Mikroskopische Prüfung* der von Fett, beziehungsweise auch von Zucker befreiten Substanz.

755. — *Prüfung der Asche bei Cacaopulver* : quantitative Bestimmung von Phosphorsäure und Kali.

756. — *Bestimmung des Zuckers bei Schokolade* : durch Polarisation der wässerigen Lösung.

757. — *Theobrominbestimmung* : nach einer der Modificationen der Wolfram'schen Methode.

758. — *Stärkebestimmung* : die Verkleisterung mittelst Dampfdruck zu geschehen und der bei der darauffolgenden Inversion gebildete Zucker gewichtsanalytisch mit Fehling'scher Lösung zu bestimmen.

ZUCKERARTEN.

Rohzucker.

759. — Der Rohzucker repräsentirt die im Grossbetriebe aus zuckerreichen Pflanzensäften gewonnenen, durch anhängende Mutterlauge (Syrup, Melasse) mehr oder weniger verunreinigten und deshalb bald heller, bald dunkler gelbbraun (blond) erscheinenden, süss salzig schmeckenden, eine lose, jedoch durch den Druck der Hand mehr oder weniger zusammenballende körnige Masse bildenden, Saccharosekrystalle.

Rohzucker *Erstproduct* enthält 94.0 bis 98.0 p. c. Saccharose (Polarisation), 0.7 bis 2.5 p. c. Wasser, 0.5 bis 1.6 p. c. Asche und 0.5 bis 2.8 p. c. organische Nichtzuckerstoffe.

Nachproducte und *Melassezucker* enthalten 87.0 bis 96.0 p. c. Saccharose (Polarisation), 1.50 bis 4.0 p. c. Wasser, 1.2 bis 3.5 p. c. Asche und 1.3 bis 6.7 organische Nichtzuckerstoffe.

Consum-Zucker.

760. — Unter « Consum-Zucker » oder « Zucker » kurzweg, versteht man im Grössbetriebe hergestellte Saccharose von grösstmöglichster technischer Reinheit.

Die Färbung des Consumzuckers während der Fabrikation mit arsenfreiem Ultramarin oder anderen unschädlichen Farben in solch' geringen Mengen, dass sie sich in 10procentiger wässeriger Lösung nicht kenntlich macht, ist nicht als Verfälschung zu betrachten.

Die meisten Consumzuckersorten schliessen wegen ihrer Form, in welcher sie in den Verkehr gesetzt werden, eine Verfälschung aus und ist eine solche nur beim Zuckermehl; zum Theile auch beim Krystallzucker durch Zusatz fremder Stoffe möglich; dieselbe lässt sich aber meist durch einfaches Lösen des betreffenden Productes in Wasser, sicher durch Polarisation der Lösung und die Ermittelung des Aschengehaltes nachweisen.

Consumzucker soll mindestens 99.3 p. c. Polarisation zeigen, nicht mehr als 0.3 p. c. Sulfatasche enthalten, Invertzucker nur in Spuren aufweisen und sich fast klar in Wasser lösen. Mechanische Verunreinigungen darf derselbe nicht enthalten.

Candis-Zucker.

761. — Candiszucker repräsentirt aus möglichst reiner Zuckerlösung in grossen zusammengewachsenen, mehr oder weniger durchscheinenden, weissen oder künstlich gefärbten Krystallen, gewonnene Saccharose.

Es gibt weissen und gefärbten Candis; letzterer erhält seine gelblichbraune Farbe durch einen geringen Zusatz von gebranntem Zucker oder von Zuckercouleur zum Klärsel und ist diese Färbung nicht als Fälschung zu betrachten.

Weisser Candis enthält maximal 0.3 p. c. Wasser und neben ganz geringen, nicht 0.10 p. c. übersteigenden Asche-

mengen und 0.1 bis 0.3 p. c. organischem Nichtzucker, mindestens 99.5 p. c. Saccharose.

Gelber Candis ist gewöhnlich feuchter als weisser und enthält bis zu 0.6 p. c. Wasser und, neben 0.2 bis 0.4 p. c. organischem Nichtzucker, 0.03 bis 0.15 p. c. Asche. Der Saccharosegehalt darf bei dem Maximal-Wassergehalt nicht unter 99 p. c. sinken.

Speisesyrupe (Saccharosesyrupe).

762. — Speisesyrupe (Saccharosesyrupe) sind mehr oder weniger unreine, concentrirte Zuckerlösungen, welche neben Saccharose meist noch andere Zuckerarten enthalten.

Als Verfälschung ist eine Beimengung von Stärkezucker oder ein Zusatz von Saccharin zu betrachten.

Syrup soll nicht mehr als 7 p. c. Asche und nicht mehr als 40 p. c. Wasser enthalten und muss die Gesammtmenge der vorhandenen Zuckerarten mindestens 56 p. c. betragen.

Anmerkung. — Ausser den bei der Zuckerfabrikation gewonnenen Syrupen werden solche in geringeren Mengen namentlich in Deutschland aus Zuckerrüben, Möhren und verschiedenen Obstsorten durch Auspressen und Eindampfen des so erhaltenen Saftes gewonnen. Dieselben sind braune Flüssigkeiten von mehr oder weniger süsslichem Geschmacke, deren Zusammensetzung durch das verwendete Rohmaterial bedingt und charakterisirt ist.

Invertzucker-Syrupe.

763. — Invertzuckersyrupe manchmal auch als flüssige Raffinade bezeichnet, sind aus Consumzucker hergestellte concentrirte Invertzuckerlösungen.

Es sind meist wasserklare, honigartig schmeckende Flüssigkeiten von Syrupconsistenz, welche sich meist bei längerem Stehen durch ausscheidende Dextrose trüben. Der Invertzuckergehalt beträgt 60 bis 70 p. c. und ist neben diesem

meist noch unveränderte Saccharose in geringer Menge vorhanden.

Um das Ausscheiden der Dextrose zu verhindern, werden die Invertzuckersyrupe nicht selten mit Stärkezuckersyrup, in neuerer Zeit auch mit Saccharose versetzt.

Ersterer Zusatz ist in jedem Falle als Verfälschung zu bezeichnen, ebenso ist eine Erhöhung der Süssigkeit durch künstliche Süssstoffe (Saccharin, Dulcin,etc.) immer zu beanständen.

Bei der Prüfung hat man ausser auf die eben genannten Zusätze auch auf eine allenfalsige Verunreinigung des Productes, herbeigeführt durch die Verwendung gesundheitsschädlicher oder unreiner Säuren (Flusssäure, arsenhaltige Säuren, etc.) bei der Herstellung sowie auf die Gegenwart freier Minesalsäuren Rücksicht zu nehmen.

Starkezucker.

Trauben-, Krümmel-, Erdäpfel- oder Kartoffelzucker.

764. — Stärkezucker ist aus Stärke technisch gewonnene Dextrose.

Die Stärkezuckersorten enthalten neben Dextrose meist auch einen oft nicht unbedeutenden Percentsatz an Maltose und immer Umwandlungsproducte der Stärke, wie verschiedene Dextrine und das Gallisin, welche Körper sich mit gewöhnlicher Hefe nicht vergähren lassen. Diese Verunreinigungen finden sich in den nichtraffinirten Producten meist in grosser, in den raffinirten, je nach dem hiebei erzielten Reinigungsgrade in geringerer bis oft kaum nachweisbarer Menge vor.

Stärkezuckersyrup ist farblos oder schwach geblich gefärbt und enthält 30 bis 49 p. c. vergährbare Zuckerarten (Dextrose und Maltose), 14 bis 23 p. c. Wasser und, neben 0.25 bis 0.4 p. c. Asche, 30 bis 50 p. c. unvergährbare Stoffe.

(A suivre.)

STARKEZUCKER (*suite*).

764bis. — Stärkezuckersyrup in Form einer trüben zähflüssigen Masse wird öfter mit dem Namen « unwägbarer Syrup » (Sirop impondérable) dagegen wenn vollkommen wasserhell als Capillair Syrup bezeichnet.

Fester Stärkezucker bildet eine weisse, mehr oder weniger gelblich gefärbte Masse und enthält 38 bis 78 p. c. vergährbare Zuckerarten (Dextrose und Maltose), 6 bis 28 p. c. Wasser und neben 0.17 bis 2.21 p. c. Asche, 5 bis 44 p. c. unvergährbare Stoffe.

Raffinirter Stärkezucker bildet je nach dem Grade seiner Reinheit mehr oder weniger harte, trüb weisse poröse Massen verschiedener Form, welche in technisch reinster Qualität an das Aussehen von Melis erinnern. Raffinirter Stärkezucker soll mindestens 95 p. c. krystallisirte Dextrose (Dextrosehydrat) enthalten.

Als Verfälschung ist ein Zusatz von Saccharin oder anderen künstlichen Süssstoffen zu betrachten. Bei der Untersuchung ist auch auf die Anwesenheit von Baryt und Oxalsäure, welche manchmal als Entgypsungsmittel dienen, Rücksicht zu nehmen, ebenso ist der vorhandene Gypsgehalt zu ermitteln.

MALTOSESYRUP.

765. — Durch Behandeln von stärkehaltigen Rohstoffen, namentlich Mais, Reis und Kartoffeln mit Malzmehl hat man Syrupe erzeugt, deren Hauptbestandtheil die Maltose (28 bis 61 p. c.) ist.

MILCHZUCKER.

766. — Milchzucker ist aus Molken gewonnene krystallisirte Laktose.

Reiner Milchzucker soll mindestens 99.5 p. c. Laktose,

nicht mehr als 0.2 p. c. Wasser und 0.1 p. c. Asche enthalten, neutral reagiren und keinen ranzigen Geruch zeigen, sowie auch von Mikoorganismen frei sein.

HONIG.

767. — Unter Honig versteht man den aus den Nektaren der Blüthen verschiedener Pflanzen gewonnenen und in den Organen der Bienen umgewandelten Saft. Diese Umwandlung besteht hauptsächlich in einer Inversion des Rohrzuckers.

Der Honig wird in Wachszellen des Bienenstockes, Waben genannt, entleert.

Je nach der Provenienz unterscheidet man sogenannte Blüthenhonige (Linden-, Akazien-, Haide-Honig etc.) und Wald-oder Tannen-Honig, welche sich durch Aroma und Geschmack von einander unterscheiden.

Je nach der Gewinnungsart gibt es Jungfernhonig, welcher durch einfaches Austropfen, Schleuderhonig, der durch Centrifugiren und ausgelassenen oder rohen Honig, welcher durch Ausschmelzen gewonnen wird.

768. — Die *chemische Zusammensetzung* ist geringen Schwankungen unterworfen. Der Hauptbestandtheil ist ein Gemisch von Laevulose und Dextrose in etwas anderen Verhältnissen als sie Invertzucker bilden, indem erstere überwiegt; dieselben werden jedoch in der Regel auf Grund ihres Gesammt-Reductionsvermögens als Invertzucker berechnet.

Die Zusammensetzung ist folgende :

Reducirender Zucker als Invertzucker berechnet.	70	bis	80	p. c.
Rohrzuker.	1	»	5	»
Wasser.	10	»	25	»
Stickstoffsubst. (N × 6.25)	1	»	1.2	»
Asche	0.15	»	0.35	»
Phosphorsäure . . .	0.015	»	0.025	»
Ameisensäure	Spur	»	0.2	»
Gummi	0.1	»	0.35	»

Pollen und Wachs als natürliche Verunreinigung.

Ein höherer Gehalt an Rohrzucker bis zu 12 p. c. und darüber kann nur dann vorkommen, wenn die Bienen mit Zucker gefüttert werden oder sonst Gelegenheit haben, Rohrzucker anzusammeln.

Ausserdem kommt in Coniferen-Honigen eine optisch-rechtsdrehende Substanz vor, welche sich dem Dextrin änlich verhält und Gallisin genannt wurde.

Das specifische Gewicht der auf 1 Gewichtstheil Honig mit 2 Gewichtstheilen Wasser verdünnten Lösung soll nicht unter 1.111 betragen.

Reiner Blüthenhonig zeigt im Polarisations-Apparat stets Linksdrehung, welche verschieden gross ist, je nachdem die Laevulose vorwiegt.

Eine Ausnahme bilden manche Coniferen-Honige, welche infolge ihres Gallisingehaltes auch rechtsdrehend sein können. Nach der Vergährung mit Hefe erscheint echter Honig frei von rechtsdrehenden Substanzen.

769. — *Verfälschungen* des Honigs kommen sehr häufig vor und bestehen hauptsächlich in Zusatz von Wasser, Rohrzucker-oder Stärkezucker-Syrup. Ausserdem wurden beobachtet : Rübenabkochungen, Melasse, Dextrin, Tragantgummi, Leim, Mehl, Glycerin und Mineralsubstanzen. Der sogenannte schweizer Honig is häufig mit Stärkesyrup verfälscht.

Unter dem Namen Zuckerhonig kommt ein Kunstproduct in den Handel, welches in seiner Zusammensetzung dem echten Honig sehr ähnlich ist und aus einer Rohrzuckerlösung durch Inversion hergestellt wird.

Ferner wird künstlicher Honig in Waben aus Ceresin als « prima amerikanischer Bienenhonig » aus Amerika nach Europa eingeführt.

770. — *Grobe Beimengungen.* — 1 Theil Honig wird in 2 Theilen Wasser gelöst und mit 4 Theilen Alkohol versetzt, geschüttelt und 24 Stunden stehen gelassen. Der Absatz wird

mikroskopisch untersucht, wodurch Pollenkörner leicht von Dextrin, Mehl oder mineralischen Beimengungen unterschieden werden.

771. — *Wasserzusatz.* — Wird bei sehr dünnflüssigem Honig durch eine Wasserbestimmung ermittelt. Der Wassergehalt darf nicht 25 p. c. betragen.

772. — *Zusatz von Rohrzucker und Stärkesyrup.* — Polarisation der 20 p. c. igen Lösung im Halbschatten-Apparat im 200 Millimeter-Rohr; sodann nach der Inversion nach Clerget-Herzfeld im 220 Millimeter-Rohr.

Natürlicher Honig ist in der Regel linksdrehend; nach der Inversion nimmt die Linksdrehung zu. Bei Zusatz von Rohrzucker ist die Polarisation zuerst positiv, nach der Inversion negativ. Bei Gegenwart von Stärkezucker vor und nach der Inversion positiv. Eine Ausnahme bilden gewisse Tannenhonige, welche von Natur aus rechtsdrehend sind. Diese behalten auch nach der Inversion die Rechtsdrehung bei.

Zur quantitativen Bestimmung des Rohrzuckers ist das Reductionsvermögen mit Fehling'scher Lösung in der 1 p. c. igen Honiglösung vor und nach der Inversion zu ermitteln.

3 Theile Rohrzucker entsprechen 5 Theilen Rohrzuckersyrup.

Liegt der Verdacht auf Stärkezuckerzusatz vor, so kann derselbe weiter bekräftigt werden, indem man den Honig unter Zusatz von Hefe, womöglich Reinhefe, vergähren lässt. Beträgt die Rechtsdrehung auch nach der Gährung in der ursprünglichen 20 p. c. igen Concentration noch mehrere Grade, so erscheint Stärkesyrup, welcher stets dextrinhaltig ist, nachgewiesen. Zur annähernden quantitativen Bestimmung desselben kann das Verfahren von Sieben angewendet werden, welches darin besteht, das Dextrin des Stärkesyrup in Zucker zu verwandeln und diesen zu bestimmen. Weniger als 10 p. c. Stärkesyrup sind jedoch mit demselben nicht nachweisbar.

CONDITORWAAREN.

773. — *Definition.* — Unter Conditorwaaren (Zuckerbäckereien, Zuckerwaaren, Canditen), versteht man eine grosse Reihe unter Verwendung von Zucker hergestellter, süss schmeckender Nahrungsmittel, welche durch eine gefällige Form und ein schönes Aussehen zum Genusse anregen sollen und meist als Näschereien verbraucht werden.

Die hieher gehörigen Producte lassen sich in drei Hauptgruppen eintheilen, und zwar :

I. In solche Zuckerwaaren, welche neben Zuckerarten noch andere Nahrungs- und Würzstoffe, die für den Charakter des betreffenden Productes wesentlich mitbestimmend sind, in grösserer Menge enthalten ;

II. In solche, welche ihrer Hauptmasse nach fast ausschliesslich aus Zuckerarten (zumeist Saccharose) bestehen ;

III. In solche, bei welchen Zucker nur als conservirendes Umhüllungsmittel verwendet wird.

I. Gruppe. — 1. Butterteigwaaren (Butterkrapfen, Butterbogen, Aepfelpitta, Pasteten, Tirolerstrudel, Schaumrollen, Nusskipfel, etc.). — Hauptbestandtheile : Mehl und Butter.

2. Hefe- (Germ-) Teigwaaren (Brioche, Pressburger Beugel, Siebenbürger und Pressburger Zwieback, Guglhupf, Faschingskrapfen, Johannisbeer-Stangel, etc.). — Hauptbestandtheile : Mehl, Butter, Eier, Milch, neben geringeren Mengen Zucker. Die Lockerung des aus diesen Materialien gewonnenen Teiges geschieht mittelst Presshefe oder sogenanntem Backpulver.

3. Theebäckereien (Waffeln, Cakes, Vanillestangen, Biscuitbusseln, Chamoislette, etc.). — Hauptbestandtheile : Mehl, Zucker, Eier, Butter und Gewürze, in manchen Fällen auch geniessbare Samen, wie Mandeln, Haselnüsse, etc.

4. Weiche Bäckereien (Biscuits, Nussschifferln, Vanillebiscuits, Roulade, Vanillekrapfen, Bischofsbrot, Zigeunerbrot,

Fruchtschnitten, verschiedene Torteletten, etc.). — Hauptbestandtheile : Mehl, Butter, Eier, Zucker, Milch in Verbindung mit verschiedenen essbaren Samen, Früchten oder Fruchtmassen und Gewürzen.

5. Mandel- und Nuss-Bäckereien, Harte Bäckereien (Marzipanwaaren, Haselnussbiscuits, Makronen, Pariserstangen, Mandelbrot, Paganini, Muscazionen, Mandolatto, etc.). — Hauptbestandtheile : Geniessbare Samen (Mandeln, Haselnüsse, etc.), Zucker, Eiweiss, Mehl und Gewürze.

6. Patiencebäckereien (Bäckereien in Figurenformen). — Hauptbestandtheile : Zucker, Eiweiss, Mehl, mit oder ohne Würzstoffen.

7. Windbäckereien. — Hauptbestandtheile : Zucker und Eiweiss.

8. Kuchen und Torten. — Hauptbestandtheile : Zucker, Eier, Mehl, eventuell verriebene, geniessbare Samen (Mandeln, Nüsse, etc.), ferner Butter, Würzstoffe, Früchte, Fruchtmassen oder alcoholische Getränke.

9. Schaum- und Rahmbäckereien. — Aus Mehl, Zucker und Eiern, mit oder ohne Zusatz von Würzstoffen hergestellte Bäckereien, welche zum Einhüllen von Crème oder von aus Eiweiss und Zucker oder aus Rahm und Zucker hergestelltem Schaum dienen (Crème-krapfen, Indianerkrapfen, etc.).

10. Lebkuchen (Pfeffer- oder Honigkuchen, Lebzelt). — Dieselben werden aus einem aus Mehl und Honig (echte Lebkuchen) oder einem aus Mehl und Speisesyrupen hergestellten, mit Citronenschalen etwas gewürzten Teige, durch Backen gewonnen. Um den Teig zu lockern, wird meist etwas kohlensaures Ammon, eventuell doppeltkohlensaures Natron mit Weinstein oder Weinsäure (Backpulver) zugesetzt.

11. Früchtenbrote. — Hauptbestandtheile : Zuckerreiche Früchte (Birnen, Datteln, Feigen, Korinthen) mit essbaren Samen.

12. Gefrorenes. — Man unterscheidet :

a) Milchgefrorenes, bestehend aus Zucker, Milch (Rahm),

Würzstoffen oder Fruchtsäften, eventuell geniessbaren Samen (Vanillegefrorenes, Nussgefrorenes, Kaffeegefrorenes, etc.); *b)* Obstgefrorenes, bestehend aus Zucker und Fruchtsäften.

13. Crème und Sulzen. — Crèmes bestehen aus Zucker, Eiweiss und Fruchtsäften mit oder ohne Rahmzusatz, die Sulzen aus Zucker, Fruchtsäften und Gelatine.

II. Gruppe. — 1. Caramelbonbons (auch kurzweg Caramels genannt). — Dieselben bestehen fast zur Gänze aus geschmolzenem Rohrzucker (Saccharose) und erhalten zumeist einen Zusatz von Stärkezucker.

Von den zu den Caramelbonbons zu zählenden Sorten wären besonders hervorzuheben:

Gerstenzucker. — Derselbe besteht einfach aus geschmolzener, fester Zuckermasse, welche verschieden gefärbt und meistens in Stangen geformt in den Handel gebracht wird.

Gewöhnliche Bonbons. — Geschmolzene, feste Zuckermassen von verschiedenartigster Gestalt, mit Zusätzen verschiedener färbender Stoffe, ätherischen Oelen, Tincturen oder Pflanzenextracten.

Rocks-Drops. — Geschmolzene, gefärbte oder ungefärbte, feste Zuckermassen, welche mittelst Fruchtäthern, vermischt oder unvermischt mit Fruchtsäften, oder mittelst der letzteren allein parfümirt sind.

2. Gefüllte Caramels. — Gefärbte oder ungefärbte, parfümirte oder nicht parfümirte Caramelbonbons verschiedener Gestalt, welche im Innern, mit einer Fruchtmarmelade, eventuell einer weichen, meist parfümirten Zuckermasse oder mit einem Liqueur gefüllt sind.

3. Honigcaramels (Honigbonbons). — Es sind dies ungefüllte oder gefüllte Caramels, in deren Masse der Zucker theilweise durch Bienenhonig ersetzt ist.

4. Fondantbonbons. — Dieselben werden nicht aus gekochtem Zucker hergestellt, sondern es wird dieser unter eventuellem Zusatze von Traubenzucker in wenig Wasser gelöst, die Lösung nur auf 90° C. erwärmt und die erhaltene

Masse, welche beim Abkühlen erstarrt, in verschiedenartiger Weise weiter verarbeitet. Bei manchen Fondantmassen wird auch etwas Milch zugesetzt. Das Färben und Parfümiren geschieht in derselben Weise und mit denselben Materialien, wie bei den Caramels.

5. Conservebonbons. — Dieselben werden aus Zucker ohne Kochen und ohne Erhitzen auf höhere Temperatur hergestellt, indem man jenen mit Wasser, besser Zuckerlösung, zu einem Brei verrührt, und diesen nach dem Parfümiren mit ätherischem Oele oder Fruchtsäften, gefärbt oder ungefärbt, in Papier- oder Blechformen giesst und erstarren lässt.

6. Morsellen. — Es sind dies Conservebonbons, deren Masse vor dem Giessen mit fein geschnittenen, geniessbaren Samen, wie: Mandeln, Haselnüssen, Pistazien, vermischt wird.

7. Plätzchen. — Dieselben werden aus halberstarrtem Zucker, in welchem aromatisirter Staubzucker eingerührt wird und durch Aufgiessen oder Auftropfen der so erhaltenen Masse auf dünne Bleche.

8. Pastillen. — Dieselben werden aus aromatisirtem Zucker unter Zusatz von Stärkemehl unter Anwendung von Prägepressen hergestellt und nach dem Trocknen meist mit Gummi oder Dextrin glasirt.

9. Arznei-Bonbons. — Es sind dies auf verschiedene Weise aus Zucker hergestellte Bonbons, welche irgend ein Arzneimittel (z. B. Santonin) beigemengt enthalten und dem Verkaufe in Apotheken vorbehalten sind.

10. Pralinés. — Bonbons, welche einen Ueberzug von Zucker oder von Chocolade erhalten haben.

11. Dragées. — Zur Herstellung derselben bedient man sich einer aus Zucker, Traganth und Stärkemehl bereiteten. teigartigen Masse.

III. Gruppe. — Candirte Früchte. — Man versteht hierunter mit Zucker überzogene frische Früchte oder andere frische Pflanzentheile.

774. — *Verfälschungen und Verunreinigungen.* — Dieselben bestehen zumeist darin, dass zur Herstellung der hieher gehörigen Producte, minderwerthige, verdorbene oder gesundheitsschädliche Materalien verwendet werden, wie z. B. unreiner oft arsenhältiger Stärkezucker, giftige Farbstoffe, gesundheitsschädliche Aromatisirungs- und Parfumirungsmittel, etc. Ebenso ist es vorgekommen, dass zum Lockern von solchen Conditorwaaren, welche mittelst des Backprocesses erzeugt werden, unreine Präparate (z. B. bleihaltiges Hirschhornsalz) gebraucht wurden.

Nicht selten wird auch das Gewicht der Zuckerwaaren durch Zusatz fremder, meist mineralischer Stoffe erhöht. Die hieher gehörigen Producte können auch durch Verwendung ungeeigneter Herstellungsapparate z. B. unsaubere oder schlecht verzinnte Kupfergefässe, ebenso durch die Verpackung (giftiges Buntpapier, Bleifolien, etc.), sowie auch durch zu langes Lagern, verdorben und hiedurch gesundheitsschädlich sein.

775. — *Erlaubte Zusätze.* — Zum Aromatisiren und Parfümiren von Zuckerwaaren dürfen verwendet werden :

Aetherische Oele : Anisöl, Orangenblüthen-und Orangenschalenöl, Citronenöl, Corianderöl, Fenchelöl, blausäurefreies Bittermandelöl, Pfefferminzöl, Kümmelöl, Ingweröl, Rosenöl, Geraniumöl und Zimmtöl.

Tincturen : Man versteht darunter alcoholische Extracte von Pflanzentheilen, und zwar von Anis, Angelicawurzel, Baldrianwurzel, Basilicumblättern, Bergamotteschalen, Calmuswurzeln, Cardamomen, Citronnenschalen, Cacao, Curaçaoschalen, Fenchel, Veilchenwurzel, gebrannter Kaffee, Krauseminze, Kümmel, Lavendel, Melissen, Muscatblüthe, Gewürznelken, Orangenschalen, Pfefferminz, Rozenblätter, Rosmarinkraut, Salbei, Selleriesamen, Sternanis, Thymian, Toncabohnen und Zimmt.

Frucht und Pflanzensäfte und zwar von solchen Früchten und Pflanzentheilen, welche zum menschlichen Genuss geeignet sind, wie Eibischwurzel, oder Malzauszug, Rettigsaft.

Künstliche Fruchtäther : Ameisensäure-Aethyläther, Ameisensäure-Amyläther, Essigsäure-Aethyläther, Essigsäure-Amyläther(Birnäther),Buttersäure-Aethyläther(Ananasäther). Buttersäure-Amyläther(Aprikosenäther),Valeriansäure-Aethyläther und Valeriansäure-Amyläther (Aepfeläther) jeder für sich und in Gemengen mit einander und die daraus hergestellten Fruchtessenzen.

Ausser den hier genannten Stoffen können zum Zwecke des Aromatisirens von Zuckerwaaren noch verwendet werden : Chemisch reines Cumarin und Vanillin.

Organische Säuren : Essigsäure, Weinsäure, Citronensäure und Apfelsäure.

Zur Herbeiführung eines schönen Aussehens der verschiedenen Zuckerwaaren können alle in den im Reichsrathe vertretenen Königreichen und Ländern Oesterreichs zum Färben von Nahrungs- und Genussmitteln gesetzlich zulässig erklärten Farbstoffe verwendet werden.

Als chemische Lockerungs- oder Neutralisirungsmittel bei der Herstellung von Zuckerwaaren dürfen nur reine kohlensäure Salze der Alkalien verwendet werden.

776. — *Beurtheilung.* — Für die Beurtheilung der verschiedenen Zuckerwaaren gelten nachfolgende Grundsätze :

1. Die zu ihrer Herstellung verwendeten Materialien müssen rein, unverfälscht, unverdorben und gesundheitsunschädlich sein. Der ganze oder theilweise Ersatz des Zuckers durch künstliche Süssstoffe ist durch die Bezeichnung des Productes kenntlich zu machen.

2. Die Zuckerwaaren dürfen bei der Bereitung oder Verpackung keine gesundheitsschädliche Beschaffenheit angenommen haben (z. B. schädliche Metallsalze von den Zubereitungsgefässen).

3. Zur Herstellung des für diese Producte gewünschten schöneren Aussehens dürfen keine gesundheitsschädlichen Mittel- und zwar insoferne letztere mit dem betreffenden Producte in directe Berührung kommen, verwendet werden (z. B. giftige Farben, giftige Metallverzierungen, etc.).

4. Das Gewicht derselben darf durch fremde Zusätze nicht erhöht werden.

Für die Beurtheilung einer künstlichen Gewichtsvermehrung durch Zusatz fremder mineralischer Stoffe ist die Ermittlung des Aschengehaltes maassgebend. Caramels, gefüllte Caramels und Conserve-Bonbons dürfen hiebei nicht mehr als 0.5 p. c., alle übrigen Producte der zweiten Gruppe nicht mehr als 0.7 p. c. Asche ergeben. Bei allen übrigen Conditorwaaren darf der Aschengehalt in keinem Falle die für den aschenreischsten Bestandtheil, aus welchem das betreffende Product hergestellt wurde, gestattete Maximalgrenze überschreiten.

5. Die Zuckerwaaren dürfen nicht durch zu langes Aufbewahren verdorben sein.

6. Dieselben dürfen nicht unter Namen in Verkehr gebracht werden, welche zu Täuschungen über die Art der verwendeten Herstellungsmaterialien Anlass geben können.

TRAUBENMOSTE.

777. — *Definition.* — Der aus den zerquetschten Weintrauben (Traubenmaische) ohne irgend welchen Zusatz gewonnene Saft wird Traubenmost, gewöhnlich jedoch kurzweg « Most » genannt. — In Gährung befindlicher Traubensaft ist noch als « Most » zu bezeichnen, solange weniger als die Hälfte des ursprünglichen Zuckergehaltes vergohren ist.

778. — *Erlaubte Zusätze.* — Trockenbeeren, concentrirter Traubenmost, reiner Rohr-oder Invertzucker (eventuell reiner Sprit, doch nicht mehr als 2 Volum-Percent) reiner kohlensäurer Kalk.

Anderweitige Zusätze (Malz, Honig, Saccharin und ähnliche Süsstoffe, Wermuth, Fruchtsäfte, Senf, Gewürze und andere scharfe Stoffe) müssen unzweideutig declarirt werden.

Geschieht dies nicht, so ist ein mit diesen Stoffen versetzter Most als « verfälscht » zu bezeichnen.

779. — *Verbotene Zusätze.* — Aluminium und Magnesiumpräparate, Gips, schweflige Säure, Sulfite, Mineralsäuren, Theerfarbstoffe, Stärkezucker, Melasse, unreiner Rohr- und Invertzucker, unreiner Alkohol, Glycerin, Salicylsäure, sowie gesundheitsschädliche Substanzen überhaupt.

780. — *Beurtheilung.* — *a*) Der Gehalt an *Nichtzucker*, welchen man erhält, wenn man vom Extractgehalte den als Invertzucker berechneten Zuckergehalt abzieht, beträgt im Minimum 16 gr. im Liter.

b) Der *Extractrest*, welchen man erhält wenn man vom Extractgehalte den als Invertzucker berechneten Zuckergehalt und die als Weinsäure berechnete freie Säure abzieht, beträgt im Minimum 8 gr. im Liter.

c) Die *Polarisation* entspricht entweder dem als Invertzucker berechneten Zuckergehalte, oder die Linksdrehung ist eine grössere.

d) Der Gehalt an *Weinstein* beträgt in der Regel nicht weniger als 4 gr. im Liter. In Gährung befindlicher Most enthält annähernd ebensoviel Weinstein gelöst, als eine Mischung von Wasser und Weingeist, die den gleichen Alkoholgehalt wie der gährende Most zur Zeit der Untersuchung besitzt, bei gleicher Temperatur zu lösen vermag.

e) Der Gehalt an *Mineralstoffen* beträgt im Minimum 2 gr. im Liter.

781. — Das *specifische Gewicht* wird mittels des Pyknometers bestimmt und auf die Normaltemperatur von 17.5° C. bezogen.

782. — Zur Bestimmung des *Extractgehaltes* wird der dem specifischen Gewichte entsprechende Rohrzuckergehalt aus der Balling'schen Tabelle entnommen.

783. — Die Bestimmung der *freien Säuren*, des *Weinsteins*, der *freien Weinsäure*, des *Zuckers*, des *Stickstoffes*, der *Mineralstoffe*, der *Phosphorsäure*, *Swefelsäure*, und *schwefeligen Säure*, sowie die *Prüfung auf Saccharin* und *Salicylsäure*, *Stärkezucker* und *Rohrzucker* wird nach den bei der Untersuchung des Weines angegebenen Methoden vorgenommen.

FRUCHTSAFTE, FRUCHTSYRUPE, FRUCHTGELÉES.

784. — *Definition.* — Unter einem *reinen Fruchtsafte* (Fruchtsaft im engsten Sinne des Wortes) versteht man die aus zerquetschten Früchten ohne jeden Zusatz gewonnene Flüssigkeit.

Fruchtsäfte des Handels (und Haushaltes) sind Flüssigkeiten, welche durch Einwirkung conservirender Agentien auf reine Fruchtsäfte erhalten werden.

Die bei der Erzeugung der Fruchtsäfte in Betracht kommenden Conservirungsmethoden beruhen :

Auf der alcoholischen Gährung;

Auf der Anwendung der Wärme (Aufkochen, Einsieden, Einkochen, Pasteurisiren, Eindampfen);

Auf der Anwendung conservirender Zusätze (Zucker, Alkohol, Gewürze).

Fruchtsäfte, welche einen hohen Zuckergehalt (50 Gewicht-Percent und darüber) und demgemäss dickflüssige Beschaffenheit zeigen, pflegt man als *Fruchtsyrupe* zu bezeichnen.

Frucht-Gelées sind durch Erhitzen verdichtete und durch darauffolgende Abkühlung zu Gallerte erstarrte Fruchtsäfte des Handels.

785. — *Erlaubte Zusätze* bei der Erzeugung von Fruchtsäften des Handels :

Der Gesundheit nicht schädliche Klärmittel, wie Hausenblase, Gelatine, Eiweiss, Kaolin, Klärerde und Tannin; —

fuselfreier Sprit, Cognac, Tresterbranntwein; — reiner Rohr- oder Invertzucker; — Gewürze; — reines Kochsalz; — reiner Essig; — und, wenn deren Zusatz unzweideutig declarirt ist : Malzauszug, Honig, Saccharin und ähnliche Süsstoffe.

786. — *Verbotene Zusätze :*

Theerfarbstoffe und andere schädliche Farbstoffe; — Stärkezucker; — Melasse; — unreiner Rohr- oder Invertzucker; — unreiner Alkohol; — Aluminium und Magnesiumpräparate; — Gips; — schweflige Säure und Sulfite; — Mineralsäuren; — Salicylsäure; — Glycerin; — künstliche Bouquetstoffe; Ester; — gesundheitsschädliche Stoffe überhaupt.

787. — *Beurtheilung.* — Hiefür sind folgende Momente massgebend :

a) Das Resultat der Kostprobe, durch welche Zustand (Grad der Durchsichtigkeit), Farbe, Geruch, Geschmack festgestellt wird. — Trübe, missfarbige übelriechende und unrein schmeckende Fruchtsäfte sind als zum Verbrauche nicht zulässig zu betrachten.

b) Die Resultate der chemischen Untersuchung im Zusammenhalte mit den Bestimmungen der Abschnitte 785 und 786. Ausser den im Abschnitte 786 genannten Substanzen sollen Fruchtsäfte auch keine giftigen Schwermetalle (Blei, Kupfer, Zink) enthalten.

Die zulässigen Maxima an Schwermetallen werden an anderer Stelle angegeben werden.

c) Die Resultate der bisher ausgeführten Analysen reiner Fruchtsäfte oder Fruchtsäfte des Handels.

788. — Die Bestimmung des Gehaltes an *Alkohol, Extract, freier Säure, flüchtigen Säuren, Glycerin, Stickstoff, Zucker, Mineralstoffen, Schwefelsäure, schwefliger Säure, Phosphorsäure,* sowie die *Polarisation* und die *Prüfung auf Farbstoffe, Salicylsäure* und *Saccharin* wird nach den im Capitel Wein angegebenen Principien durchgeführt.

789. — Die Prüfung auf *schwere Metalle* kann für gewisse Fälle (Kupfer und andere nicht flüchtige Metalle) mit der Asche des Fruchtsaftes vorgenommen werden. Handelt es sich jedoch um den Nachweis schwerer Metalle überhaupt, so ist derselbe durch Zerstörung der organischen Substanzen auf nassem Wege und ohne Anwendung von Glühhitze vorzubereiten.

HIMBEERSYRUP.

790. — 1. *Definition.* — Himbersyrup (Himbeersaft) ist der aus zerquetschten reifen, mit oder ohne Zusatz einer geringen Menge Rohrzucker vergohrenen Himbeeren durch Pressen, Klären und einmaliges Aufkochen mit Zucker im Verhältnisse von 10 Theilen rohem Saft zu 16 bis 18 Theilen Rohrzucker erhaltene Fruchtsaft.

791. — *Erlaubte Zusätze.* — Der für Genusszwecke bestimmte Himbeersyrup wird usuell gefärbt. Doch sind hiezu nur vollkommen unschädliche rothe Früchte und Fruchtsäfte zulässig. Der für Arzneizwecke bestimmte Himbeersyrup darf nicht aufgefärbt sein.

Der Zusatz von Saccharin, Dulcin und anderen künstlichen Süssstoffen muss unzweideutig declarirt werden.

792. — *Verbotene Zusätze.* — Zusatz von Salicylsäure, schwefliger Säure oder anderen Conservirungsmitteln ist unstatthaft.

Unstatthaft ist die Verwendung von Stärkezucker und die Färbung des Syrups mit Theerfarbstoffen.

Endlich sind Kunstproducte aus Wasser, Weinsäure, Citronensäure oder Aepfelsäure, Farbstoffen, Zucker und Fruchtäther (Himbeeräther), dann solche, die aus einer der genannten Sauren, Farbstoffen, Himbeerwasser und Zucker hergestellt sind, verboten.

WEINE.

Traubenwein.

793. — *Definition.* — Traubenwein, Naturwein oder « Wein » schlechtweg, ist die durch die alkoholische Gährung des Traubensaftes gewonnene Flüssigkeit.

794. — *Erlaubte Zusätze* vor oder nach der Gährung sind :

a) Frische oder getrocknete Trauben, frischer oder concentrierter Traubenmost;

b) Fuselfreier Sprit oder Cognac und zwar in dem Masse, dass der Alkoholzusatz — mit Ausnahme bei den Süssweinen — nicht mehr als 2 Vol.-Proc. und das Alkohol-Glycerin-Verhältnis nicht unter 100 : 6 beträgt.

Naturweine enthalten in der Regel nicht mehr als 15 Vol.-Proc. Alkohol.

In besonderen Fällen kann der durch die Gährung entstandene Alkoholgehalt im Maximum 17.5 Vol.-Proc. betragen.

c) Reiner Rohr- oder Invertzucker in festem Zustande oder in mindestens 60 percentigen Lösungen;

d) Reine Kohlensäure;

e) Reiner kohlensaurer Kalk;

f) Der Gesundheit nicht schädliche Klärmittel, wie Tannin, Eiweiss, Caseïn, Gelatine, Hausenblase, Kaolin, Klärerde;

g) Das Einfüllen des Weines in geschwefelte Fässer ist gestattet; doch darf der zum Consum gelangende Wein nicht mehr als höchstens 8 mgr. freie schweflige Säure im Liter enthalten.

Wird jedoch durch einen der vorgenannten Zusätze eine derartige Veränderung des Weines bewirkt, dass derselbe den Charakter eines Halbweines (Siehe Halbweine) annimmt, so muss derselbe als solcher bezeichnet werden.

795. — *Verbotene Zusätze* vor oder nach der Gährung sind :

Aluminium-, Baryum- und Magnesiumpräparate. — Gips in solcher Menge, dass der Gehalt des Weines an neutralem Kaliumsulfat mehr als 2 gr. im Liter beträgt. — Sulfite. — Mineralsäuren. — Fluorverbindungen. — Theerfarbstoffe, sowie fremde Farbstoffe überhaupt. — Stärkezucker. — Melasse. — Unreiner Rohr- und Invertzucker. — Unreiner Alkohol. — Salicylsäure und andere Conservierungsmittel. — Saccharin und andere Süsstoffe. — Glycerin. — Künstliche Bouquetstoffe, sowie gesundheitsschädliche Substanzen überhaupt.

796. — *Beurtheilung* (1). — *Extract :* In vollkommen vergohrenen Naturweinen beträgt der Gehalt an zuckerfreiem Extract nach den bisherigen Erfahrungen im Minimum bei Weissweinen 14 gr., bei Schillerweinen 15 gr.. und bei Rothweinen 16 gr., im Liter. Weine, deren Extractgehalt weniger als die angegebene Menge beträgt, sind daher zu beanständen, solange nicht nachgewiesen wird, dass Naturweine derselben Lage und desselben Jahrganges mit so wenig Extractgehalt vorkommen. Unter zuckerfreiem Extract wird der Gesammtextract nach Abzug der durch die Analyse gefundenen gesammten Zuckermenge verstanden.

Extractrest : Nach Abzug der « nichtflüchtigen Säuren » beträgt der Extractrest in Naturweinen nicht weniger als 11 gr. im Liter. Weine, welche einen geringeren Extractrest haben, sind jedoch nicht zu beanständen, wenn nach den übrigen Untersuchungsresultaten kein Grund dazu vorliegt.

Mineralstoffe : Weine, welche weniger als 1.3 gr. Mine-

(1) Für die Beurtheilung, sowie für die Untersuchung des Weines sind im wesentlichen die folgenden, vom internationalen land- und forstwirtschaftlichen Congresse in Wien 1890 und von den Vertretern der österr. Versuchsstationen, für die österr.-ung. Süssweine, die als Sanitätsweine empfohlen werden sollen, der vom Congresse der Nahrungsmittel-Chemiker und Mikroskopiker in Wien 1891 gefasste Beschluss als Richtschnur zu nehmen.

ralstoffe im Liter enthalten, sind zu beanständen, solange nicht nachgewiesen wird, dass Naturweine derselben Lage und desselben Jahrganges, die gleicher Behandlung unterworfen waren, mit so wenig Mineralstoffen vorkommen.

Verhältnis der Mineralstoffe zum Extracte : Ein Wein, der erheblich mehr als 10 p. c. der Extractmenge an Mineralstoffen ergibt, enthält in der Regel mehr Extract, als sonst als Minimalgehalt angenommen wird. Bei Naturweinen kommt sehr häufig ein annäherndes Verhältnis von 1 Gewichtstheil Mineralstoffen auf 10 Gewichtstheile Extract vor. Ein erhebliches Abweichen von diesem Verhältnisse berechtigt jedoch noch nicht zur Annahme, dass der Wein gefälscht sei.

Verhältnis des Alkohols zum Glycerin : Das Verhältnis zwischen Weingeist und Glycerin kann schwanken zwischen 100 Gewichtstheilen Weingeist zu 6 Theilen Glycerin und 100 Gewichtstheilen Weingeist zu 14 Theilen Glycerin. Bei Weinen, welche ein anderes Glycerinverhältnis zeigen, ist auf Zusatz von Weingeist oder Glycerin zu schliessen. Da bei der Kellerbehandlung eine geringe Menge Weingeist in den Wein gelangen kann, so ist bei der Beurtheilung der Weine hierauf Rücksicht zu nehmen.

Als weiterer Anhaltspunkt zur Erkennung eines Glycerinzusatzes kann die Erfahrung dienen, dass in Naturweinen der Glyceringehalt in der Regel nicht mehr als höchstens die Hälfte des zuckerfreien Extractes beträgt.

Weine, bei welchen ein Glycerinzusatz nachgewiesen wird, sind unbedingt zu beanständen.

Freie Weinsäure : In Naturweinen mit einem Gehalte an freien Säuren bis zu 8 gr im Liter beträgt die Menge der freien Weinsäure nach den bisherigen Erfahrungen nicht mehr als ein Sechstel bis höchstens ein Fünftel der « nicht flüchtigen Säuren ». In Naturweinen mit einem höheren Gehalte an freien Säuren ist die Menge der freien Weinsäure oft eine viel grössere. Weine, welche bei einem Säuregehalte bis zu 8 gr. im Liter mehr als die angegebene Menge an freier

Weinsäure besitzen, sind nur dann zu beanständen, wenn entweder die Quantität der letzteren eine bedeutende ist, oder wenn auch aus den übrigen Untersuchungsresultaten sich ein Anhaltspunkt zur Beanständung des Weines ergibt (z. B. Salpetersäuregehalt).

Kochsalz : Weine, welche mehr als 0.5 gr. Kochsalz im Liter enthalten, sind in der Regel zu beanständen. Ausnahmen können vorkommen bei Weinen, welche von kochsalzreichen Böden stammen.

In süditalienischen Weinen, insbesondere in Weinen von den Inseln Sicilien und Pantelleria wurden Kochsalzgehalte bis zu 0.65 gr. im Liter constatirt.

Schwefelsäure : Weine, welche mehr als 0.92 gr. Schwefelsäure (SO_3), entsprechend 2 gr. Kaliumsulfat (K_2SO_4) im Liter enthalten, sind zu beanständen.

Phosphorsäure : Der Phosphorsäuregehalt kann in vielen Fällen als wertvoller Anhaltspunkt zur Beurtheilung des Weines dienen, insbesondere, wenn es sich um Weine von bestimmten Lagen oder um Medicinalweine handelt, in welchen der Phosphorsäuregehalt in der Regel zwischen bestimmten Grenzwerten liegt.

Stickstoff : Der Stickstoffgehalt der Naturweine beträgt nach den in der k. k. Versuchsstation in Klosterneuburg gemachten Erfahrungen selten weniger als 0.07 gr. und übersteigt selten 0.8 gr. im Liter, kann jedoch in einzelnen Fällen auch noch höher sein und 1.35 gr. im Liter betragen. Naturweine, welche mehr als 0.8 gr. Stickstoff im Liter enthalten, besitzen in der Regel nicht nur einen entsprechend hohen Gehalt an zuckerfreiem Extracte, sondern sind auch dem Geschmacke nach von guter Qualität. Stickstoffreiche Weine, welchen diese Eigenschaften mangeln, sind entweder verdorben, oder Hefepress-, Geläger- oder Hefeweine. Weine, welche weniger als 0.07 gr. Stickstoff im Liter enthalten, sind jedoch nur dann zu beanständen, wenn sich nach den

übrigen Untersuchungsresultaten noch ein Anhaltspunkt hiefür ergibt.

Salpetersäure : Weine, in welchen das Vorhandensein von Salpetersäure nachgewiesen wird, sind nur dann zu beanstanden, wenn entweder der Salpetersäuregehalt (nach der Intensität der Diphenylamin-Reaction) ein auffallend hoher ist, oder bei geringer Menge von Salpetersäure mindestens noch ein anderes Resultat der Untersuchung für eine Verdünnung des Weines mit Wasser spricht.

Schweflige Säure : Wenn mann durch das über einen Wein abzugebende Gutachten sich nicht ausschliesslich auf die Erklärung beschränken soll, ob derselbe ein Naturwein ist oder nicht, sondern auch die etwaige Anwesenheit gesundheitschädlicher Bestandtheile constatieren soll, so muss der Gehalt des Weines an freier schwefliger Säure angegeben werden.

Weine, die zum directen Ausschanke bestimmt sind, sollen nicht mehr als 8 mgr. freie schweflige Säure im Liter enthalten.

Alte Weine geben bei der Analyse häufig von den oben erwähnten Grenzzahlen abweichende Werte, worauf bei der Beurtheilung entsprechend Rücksicht zu nehmen ist.

797. — *Krankheiten oder Fehlern des Weines.* — Ist der zu untersuchende Wein nicht klar, so ist derselbe mikroskopisch zu prüfen und zu beachten, ob er nicht krank, oder mit einem Fehler behaftet ist.

Krankheiten des Weines, welche durch Organismen entstehen, sind insbesondere : Der Kahm (die Kuhnen), der Essigstich, die Milchsäuregährung (das Zickendwerden), die Mannitgährung, die Glyceringährung, das Umschlagen (Brechen), das Zähwerden, das Bitterwerden.

Fehler des Weines sind insbesondere : Das Schwarzwerden (der schwarze Bruch), das Braunwerden, das Rahnigwerden, das Verblassen der Rothweine und unreiner Geschmack.

798. — *Vorbereitung zur chemischen Untersuchung.* — *a*) Der zu untersuchende Wein soll die Temperatur von 15° C. haben. Ist die Temperatur des Weines in der Flasche unter 15° und hat sich ein krystallinischer Niederschlag ausgeschieden, so ist der Wein in der Flasche auf 15° C. zu erwärmen und wiederholt kräftig durchzuschütteln, um die Lösung des bei dieser Temperatur löslichen Weinsteines zu bewirken.

b) Der Wein muss klar sein und darf beim Aufsaugen in eine Pipette keine Gasblasen entwickeln.

Ist der Wein moussierend, so muss er wiederholt kräftig durchgeschüttelt, ist er trüb, so muss er filtriert werden.

799. — Die *Dichhte* des Weines ist bei 15° C. zu bestimmen und auf vier Decimalstellen genau anzugeben. Am genauesten ist die Bestimmung mittelst des Pyknometers, doch kann auch eine empfindliche Westphals'che Wage benützt werden.

800. — Der *Alkoholgehalt* des Weines ist nach der Destillationsmethode zu bestimmen. Aus der bei 15° C. ermittelten Dichte des bei 15° C. genau gemessenen Destillates wird der Alkoholgehalt berechnet. Am besten ist es, von 100 c.c. Wein circa 60 c.c. abzudestillieren, das Destillat mit Wasser bei 15° C. auf 100 c.c. zu ergänzen und die Dichte desselben mittelst des Pyknometers genau zu bestimmen. Essigstichige Weine sind vor der Destillation zu neutralisieren.

801. — Die *Extractbestimmung.* — Zur annähernden Bestimmung des Extractgehaltes dient die Formel :

$$D_e = D_w - D_a + 1,$$

wo D_w die Dichte des Weines, D_a die Dichte des Weindestillates und D_e die des Destillatrückstandes, welche beiden letzteren durch Hinzufügung von Wasser auf das Volumen des zur Destillation verwendeten Weines gebracht würden,

bedeutet. Aus der Dichte D_e ergibt sich annähernd der Extractgehalt des Weines (S. *b*).

Zur genaueren Bestimmung des Extractgehaltes dienen folgende Normen :

a) Von Weinen mit einem Extractgehalte bis zu 30 gr. im Liter, werden 50 c.c. von Weinen mit einem Extractgehalte von 30 — 50 gr. im Liter 25 c.c., in einer flachen Platinschale auf dem Wasserbade bis zur Sirupdicke abgedampft, der Rückstand im Wassertrockenschranke 2 1/2 Stunden getrocknet, dann im Exsiccator erkalten gelassen und mit bedeckter Schale gewogen.

Die Dimensionen des Wassertrockenschrankes sind von grosser Wichtigkeit und muss derselbe eine Tiefe und Breite von 100 mm. und eine Höhe von 50 mm. besitzen.

b) In Weinen mit einem Extractgehalte von mehr als 50 gr. im Liter ist die indirecte Methode der Extractbestimmung anzuwenden, indem man die Dichte des Destillationsrückstandes, welcher durch Hinzufügung von Wasser auf das Volumen des zur Destillation verwendeten Weines gebracht wurde, bei 17.5° C. auf vier Decimalstellen genau ermittelt und die dieser Dichte entsprechenden Gramme Extract im Liter, der nach den Angaben der k. k. österreichischen Normal-Aichungs-Commission von Dr. B. Haas berechneten Tabelle entnimmt.

Wird die Dichte des entgeisteten Weines bei 15° C. ermittelt, so ist die nach den Angaben der deutschen Normal-Aichungs-Commission von Dr. Carl Windisch berechnete Tabelle zu benützen.

Auch in nicht süssen Weinen kann der Extractgehalt nach der indirecten Methode bestimmt werden, doch ist dann die Methode im Certificate anzugeben.

802. — Der *Gehalt an freien Säuren* ist durch Titration mit geeigneter, verdünnter, titrierter Kalilauge unter Benützung von Lakmuspapier als indicator, zu bestimmen und als Weinsäure ($C_4H_6O_6$) zu berechnen ; der zu untersuchende Wein ist vor der Titration bis zum beginnenden Sieden zu erhitzen.

803. — Der *Gehalt an flüchtigen Säuren* ist durch Destillation im Wasserdampfstrome zu bestimmen und als Essigsäure ($C_2H_4O_2$) auszudrücken.

804. — Der *Gehalt an nicht flüchtigen Säuren* ergibt sich durch Subtraction der mit 1.25 multiplicierten Menge der flüchtigen Saüren vom Gesammtsäuregehalte.

805. — Die *Weinsteinbestimmung* wird nach Haas am zweckmässigsten gleichzeitig mit der Bestimmung der freien Weinsäure vorgenommen, indem in einer Porzellanschale 50 c.c. Wein, in einer zweiten Porzellanschale 50 c.c. desselben Weines, nach genauer Neutralisierung der in 25 c.c. enthaltenen Menge der nicht flüchtigen Säuren mit Kalilauge, auf dem Wasserbade bis 10 c.c. abgedampft, dem erkalteten Rückstande in der zweiten Schale zehn Tropfen Eisessig und beiden 90 c.c. 95 p. c. Alkohol unter Umrühren hinzugefügt werden. Der Inhalt beider Schalen wird mit Glasplatten bedeckt, zwölf Stunden stehen gelassen, der Niederschlag nach dem Abfiltrieren und Auswaschen mit Alkohol, in heissem Wasser gelöst und der Weinstein titrimetrisch bestimmt.

Die Differenz der aus beiden Bestimmungen berechneten Weinsteinmenge mit 0.8 multipliciert, gibt den Gehalt an freier Weinsäure. Bei Gegenwart von Citronensäure wird mit der Weinsäure auch Citronensäure als saures Citrat abgeschieden. In diesem Falle ist die Bestimmung des Weinsteins und der freien Weinsäure nach Halenke und Möslinger vorzunehmen.

806. — Die *Polarisation* ist nach entsprechender Behandlung des Weines mit Bleiessig und Natriumsulfat zu bestimmen und die dabei stattgefundene Verdünnung des Weines zu berücksichtigen. Süssweine sind ausserdem zu invertieren, d. h. mit 1/10 Vol. Salzsäure vom spec. Gew. 1.1 während einer Viertelstunde auf 65 — 70° C. zu erhitzen, die Drehung ist vor und nach der Inversion und nach Erfordernis auch

nach der Vergährung mit reingezüchteter Hefe zu bestimmen.

807. — Die *Zuckerbestimmung* soll in der Regel gewichtsanalytisch nach Meissl ausgeführt werden. Bei Anwesenheit von Rohrzucker, ist die Zuckerbestimmung vor und nach der Inversion vorzunehmen.

808. — Die *Bestimmung des Glycerins* geschieht nach der von Dr. Haas modificierten Neubauer - Borgmannschen Methode.

a) *In nicht süssen Weinen.* — 50 c. c. werden in einer Porzellanschale auf dem Wasserbade erhitzt. Wenn etwa 30 c. c. verdampft sind, wird feinpulveriger Kalk in kleinen Portionen unter Umrühren mit einem Glasspatel bis zur deutlichen alkalischen Reaction hinzugefügt und dann weiter abgedampft, bis der Rückstand dickflüssig zu werden beginnt. Der dickflüssige Abdampfrückstand wird mit Hilfe des Glasspatels innerhalb des Raumes, den die 50 c. c. Wein in der Schale einnehmen, vertheilt, die an der Schale festhaftenden Theile des Niederschlages werden mit den Spatel losgelöst, 80 c. c. 95 p. c. igen Alkohol hinzugefügt, auf dem Wasserbade unter Umrühren bis zum beginnenden Sieden erhitzt und dann in ein ca. 300 c. c. fassendes Kölbchen filtriert; Schale und Filter werden mit ca. 100 c. c. heissem Alkohol ausgewaschen.

Anstatt die Schale und das Filter auszuwaschen, kann man auch die trübe Flüssigkeit nach kurzem Absitzen in ein 100 c. c. Kölbchen giessen, durch wiederholtes Nachwaschen mit heissem Alkohol und nachheriges Abkühlen auf 100 c. c. bringen, filtrieren und einen aliquoten Theil zur weiteren Behandlung nehmen. Bei diesem abgekürzten Verfahren empfiehlt es sich, anstatt 50 c. c. 100 c. c. abzudampfen und vom alkoholischen Filtrate 50 c. c. zu nehmen.

Das alkoholische Filtrat wird im Wasserbade abdestilliert, der Rückstand nach dem Erkalten in 20 c. c. absolutem

Alkohol gelöst, 30 c. c. Aether unter Umschwenken des Kölbchens hinzugefügt und die Mischung zwölf Stunden stehen gelassen.

Ist die alkohol-ätherische Lösung vollkommen klar, wie es nach 12 Stunden in der Regel der Fall ist, so wird sie in ein gewogenes Kölbchen von 12 c. c. Höhe, 2 c. c. Halsweite, 6 c. c. Halslänge und ca. 200 c. c. Inhalt abgegossen, im Wasserbade abdestilliert, dann das Kölbchen von aussen abgetrocknet und im Wassertrockenschranke 3 Stunden erhitzt, nach welcher Zeit das Gewicht in der Regel constant bleibt oder sich nur sehr wenig ändert. Bei Verwendung weithalsiger Kölbchen, von ca. 150 c. c., wie sie bei der Fettbestimmung in Futtermitteln zur Anwendung kommen, genügt schon ein Trocknen von eineinhalb Stunden.

Ist die alkohol-ätherische Lösung nicht klar, so muss sie durch ein kleines Filter filtriert werden, in welchem Falle man Kölbchen und Filter mit 10 c. c. der Alkohol-Aethermischung (1 Theil Alkohol + 1 1/2 Theile Aether) auswäscht.

b) *In Süssweinen* (das sind solche, welche wenigstens 50 gr. Zucker im Liter enthalten).— 50 c. c. Wein werden in einer Porzellanschale bis zur Sirupdicke abgedampft, der Rückstand in 20 c. c. 95 p. c. Alkohol gelöst, die Lösung in ein Kölbchen von circa 400 c. c. Inhalt gebracht, der Rückstand in der Schale in einigen Tropfen Wasser gelöst, die Schale dreimal mit je 20 c. c. Alkohol ausgespült und dieser in das Kölbchen gegossen. Nachdem durch Umschwenken des Kölbchens eine möglichst gleichförmige Mischung erzielt wurde, werden nach und nach 120 c. c. Aether unter Umschwenken des Kölbchens hinzugefügt und die Mischung zwölf Stunden stehen gelassen.

Die klare alkohol-ätherische Lösung wird nun in ein anderes ca. 400 c. c. fassendes Kölbchen abgegossen, der in dem ersten Kölbchen zurückbleibende Sirup in 20 c. c. 95 p. c. Alkohol, wenn nöthig, unter Erwärmen, gelöst, der erkalteten Lösung unter Umschwenken des Kölbchens 30 c. c. Aether hinzugefügt und die Mischung drei bis vier Stunden

stehen gelassen. Die klare Lösung wird mit der bereits erhaltenen alkohol-ätherischen Lösung vereinigt. Bei zuckerreichen Süssweinen mit ca. 20 p. c. Extract und darüber, muss diese Behandlung des Sirups mit Alkohol und Aether wiederholt werden. Die alkohol-ätherische Lösung wird im Wasserbade abdestilliert der im Kölbchen bleibende sirupöse Rückstand in 10 c. c. Wasser gelöst, in eine Porzellanschale gebracht, das Kölbchen dreimal mit je 10 c. c. Wasser ausgespült und das Spülwasser in die Schale gegossen. Die in der Porzellanschale befindliche Flüssigkeit wird auf dem Wasserbade auf 1/3 abgedampft, dann 2 gr. feinpulveriger, gelöschter Kalk hinzugefügt und unter öfterem Umrühren mit einem Glasspatel 2 — 3 Minuten lang weiter erhitzt, bis die Masse sich dunkelbraun gefärbt hat. Die Schale wird nun vom Wasserbade entfernt, der Inhalt derselben mit dem Glasspatel gleichförmig vermischt, die an der Schale festhaftenden Theile des Niederschlages mit dem Glasspatel losgelöst, 100 c. c. 95 p. c. Alkohol hinzugefügt und unter Umrühren auf dem Wasserbade bis zum beginnenden Sieden erhitzt. Die alkoholische Lösung wird durch ein Filter von 12 1/2 c. c. Durchmesser in ein ca. 400 c. c. fassendes Kölbchen filtriert, die Schale zweimal und der Niederschlag auf dem Filter viermal mit heissem Alkohol ausgewaschen, das Filtrat im Wasserbade abdestilliert, der Rückstand nach dem Erkalten in 20 c. c. absolutem Alkohol gelöst, 30 c. c. Aether unter Umschwenken des Kölbchens hinzugefügt und die Mischung zwölf Stunden stehen gelassen.

Diese wird dann weiter, wie beim nichtsüssen Weine behandelt.

Anstatt Schale und Filter auszuwasschen, kann auch bei Süssweinen das abgekürzte Verfahren wie bei nichtsüssen Weinen angewendet werden.

809. — Die *Mineralstoffe* werden durch vorsichtiges Veraschen des Abdampfrückstandes von 50 c. c. Wein bestimmt.

810. — Die *Phosphorsäure* ist in der Asche von 50 c. c. Wein nach der Molybdänmethode zu bestimmen. Die Phosphorsäure kann jedoch auch nach der titrimetrischen Uranmethode bestimmt werden und ist in jedem Falle im Certificate anzugeben nach welcher Methode gearbeitet wurde.

811. — Die *Schwefelsäure* ist direct in dem mit etwas Salzsäure angesäuertem Weine mittels Chlorbaryum in bekannter Weise zu bestimmen.

812. — Die *Bestimmung der freien und der aldehydschwefligen Säure* im Weine wird nach der Methode von Ripper vorgenommen.

Handelt es sich bloss um die Bestimmung der *gesammten schwefeligen Säure*, so kann diese auch nach der Methode von Dr. Haas ausgeführt werden.

813.— Für die *Prüfung auf Salpetersäure* werden 10 c. c. Wein nach Zusatz von salpetersäurefreier Thierkohle (am besten Blutkohle) auf dem Wasserbade zur Hälfte verdampft, die Flüssigkeit nach dem Erkalten filtriert und von dem farblosen Filtrate zwei bis drei Tropfen mit einer frisch bereiteten farblosen Lösung von Diphenylamin in concentrierter Schwefelsaüre in Berührung gebracht.

Sämmtliche für diese Prüfung nöthigen Gefässe müssen vor dem Versuche mit destilliertem Wasser gereinigt werden.

Bei positivem Ausfalle der Reaction ist ein blinder Controlversuch auszuführen.

Fehlerquellen können insbesondere durch die Reagentien und das Filtrierpapier bedingt werden.

814. — Die *Prüfung auf Salicylsäure* wird durch Ausschütteln von 50 c. c. Wein, nach dem Ansäuern mit verdünnter Schwefelsäure, mit Schwefelkohlenstoff, oder einer Mischung von gleichen Theilen Aether und Petroleumäther

und Prüfung des Verdunstungsrückstandes mit Eisenchlorid ausgeführt.

815. — Zum *Nachweise des Saccharins*, Ausschütteln des entgeisteten und mit Schwefelsäure angesäuerten Weines mit Aether und Petroleumäther, Erhitzen des bei Gegenwart von Saccharin stark süss schmeckenden Verdunstungsrückstandes nach Zusatz von einigen Tropfen Wasser mit Natronhydrat bei 250° C. und Prüfung auf Salicylsäure.

816. — Zur *Stickstoffbestimmung* ist das Kjehldahl'sche Verfahren anzuwenden.

817. — Der *Gerbstoff* ist nach der von Neubauer modificierten Löwenthal'schen Methode zu bestimmen.

818. — *Prüfung auf Farbstoffe.* — a) *Pflanzenfarbstoffe* : Der Wein wird mit Bleiessig im Ueberschusse versetzt und filtriert. Die Farbe des Niederschlages kann bei echten Rothweinen blaugrau, graublau, aschfarbig oder grünlich sein. Erhält man in dem zu prüfenden Weine mit Bleiessig einen Niederschlag, dessen Farbe von diesen Nuancen nicht auffallend verschieden ist, so ist eine weitere Prüfung auf Pflanzenfarbstoffe zu unterlassen, da deren Resultat, wenn eine Mischung von Rothweinfarbstoff mit anderen Pflanzenfarbstoffen vorliegt, ein sehr unsicheres ist. Heidelbeerfarbstoff gibt mit Bleiessig einen rein blauen, Malven- und Holunderbeerfarbstoff einen grünen Niederschlag. Es gibt jedoch junge, dunkelfarbige Rothweine, deren Bleiniederschlag von dem durch Heidelbeerfarbstoff erzeugten, schwer zu unterscheiden ist. Malven- und Holunderbeerfarbstoffe sind nur in damit gefärbten Weissweinen zu erkennen; solche kommen jedoch nur äusserst selten vor.

Der Farbstoff der Kermesbeeren (Phytolacca) unterscheidet sich von dem des Rothweines in auffallender Weise durch den rothvioletten Niederschlag mit Bleiessig.

b) *Theerfarbstoffe :* Da das Färben des Weines mit Theerfarbstoffen verboten ist, so genügt es, die Gegenwart oder Abwesenheit eines solchen überhaupt, nachzuweisen, wozu im entgeisteten Weine folgende Methoden anzuwenden sind :

α) Ausschütteln des Filtrates vom Bleiniederschlag mit Amylalkohol;

β) Wollprobe nach Strohmer oder Arata;

γ) Schüttelprobe mit gelbem Quecksilberoxyd nach Cazeneuve.

819. — Die *Prüfung auf Metalle* geschieht nach Zerstörung der organischen Substanzen nach den bekannten Regeln der Mineralanalyse.

Als qualitative Vorprüfung empfiehlt es sich, den mit Salzsäure angesäuerten Wein mit Schwefelwasserstoff zu versetzen.

Weinhaltige Erzeugnisse (Halbweine).

820. — *Definition.* — Halbwein ist ein weinhältiges Erzeugnis, welches durch Vermehrung des Mostes oder Naturweines mittels Hinzufügung von Wasser, bezw. Wasser und anderen Stoffen, oder in gleicher Weise aus den Weintrestern oder ebenso aus Weingeläger gewonnen wird. Dasselbe gilt für die aus Trockenbeeren (Rosinen) oder concentriertem Moste mit Zuhilfenahme von Wasser durch Gährung hergestellten, den gewöhnlichen Naturweinen ähnlichen Erzeugnisse.

Hieher gehören jene Erzeugnisse, welche durch das sogenannte Gallisieren (Verdünnung des Mostes mittels Wasser und Zusatz von Alkohol oder Zucker), oder durch Petiotisieren (Aufgiessen und Gährenlassen von Zuckerwasser auf den Traubenrückständen oder Auslaugung dieser Rückstände durch verdünnten Alkohol), oder durch Verschnitt von Obst- und Traubenwein bereitet werden.

821. — *Erlaubte Zusätze* vor oder nach der Gährung sind nebst Wasser im allgemeinen dieselben, wie bei den Naturweinen.

822. — *Verbotene Zusätze :* Auch hier gilt das bei den Naturweinen Gesagte.

Obst-, Beeren- und andere Fruchtweine.

823. — *Definition.* — Obst-, Beeren- und Fruchtweine überhaupt sind durch alkoholische Gährung der Früchte oder ihres Saftes, mit oder ohne Zusatz von Wasser, Zucker oder Alkohol gewonnene Weine.

824. — *Erlaubte Zusätze* vor oder nach der Gährung : nebst den sub 823 genannten noch die beim Traubenweine angeführten, mit Ausnahme von kohlensaurem Kalk.

Verbotene Zusätze vor oder nach der Gährung : wie beim Traubenweine.

Kunstweine.

825. — Kunstweine sind weinähnliche Erzeugnisse, welche aus einer den Wein oder Most nachahmenden Mischung verschiedener Stoffe hergestellt werden.

Zur Herstellung der Kunstweine dürfen keine gesundheitsschädlichen Stoffe verwendet werden.

Jeder in den Handel gebrachte Kunstwein muss als solcher declariert werden.

826. — Alle sonst noch mit dem Namen « Wein » in den Verkehr kommenden Erzeugnisse anderer Provenienz, wie *Reiswein, Palmenwein, Malzwein, Birkenwein, Ahornwein, Pulque,* etc. dürfen nur unter ganz unzweideutiger Bezeichnung ihrer Provenienz in den Handel gebracht werden.

BIER.

827. — *Definition.* — Bier ist ein aus Gerstendarrmalz, Hopfen und Wasser erzeugtes und durch Hefe theilweise vergohrenes Getränk.

a) Wasser. — Das zum Bierbrauen und zum Waschen der Brau- und Gährgeräthe, der Leitungen, Fässer und Flaschen verwendete Wasser soll klar und geruchlos sein, darf keinen widerlichen Geschmack besitzen und keine gesundheitsschädlichen Substanzen enthalten.

b) Malz. — Zur Erzeugung des Bieres ist Gerstendarrmalz zu verwenden. Ausser demselben können auch noch andere Getreidefrüchte u. zw. im gemälzten Zustande oder auch als Rohfrucht verwendet werden, jedoch darf das mit Zuhilfenahme dieser Materialien erzeugte Bier nur unter einer diesem Zusatze entsprechenden Bezeichnung, wie z. B. Reisbier, Maisbier etc. in Verkehr gesetzt werden.

Alle anderen Ersatzmittel für Malz sind ausgeschlossen.

Zur Herstellung von Farbebier und dunkelfarbigen Bieren überhaupt ist Farbmalz zu verwenden.

c) Hopfen. — Zum Bierbrauen darf nur Hopfen als solcher, das sind die Fruchtstände (Zapfen oder Dolden) der Hopfenpflanze, Humulus lupulus, verwendet werden.

Die Anwendung von Hopfenextracten, oder irgend welchen anderen Hopfensurrogaten ist verboten.

d) Hefe. — Als Gährungserreger darf nur gesunde, von Biergährung abstammende Hefe benützt werden.

828. — *Verfälschung.* — Als Verfälschungen des Bieres sind anzusehen :

1. Die Verdünnung mit Wasser;
2. Ein Zusatz von Alkohol; (nur Biere, welche für den überseeischen Transport bestimmt sind, dürfen einen Zusatz von Sprit erhalten.)

3. Die Vermehrung des Extractes oder Beeinflussung des Geschmackes durch Zusatz von Dextrin, Gummi, Zucker, Glycerin, Saccharin und ähnlichen Süsstoffen oder diversen Pflanzenstoffen, Extracten oder ätherischen Oelen;

4. Die Anwendung von anderen Färbemitteln (Couleur) als Farbmalz und Farbbier;

5. Die Anwendung von Entsäurungsmitteln;

6. Der Zusatz von Conservirungsmitteln, wie : Salicylsäure, schwefligsaure Salze, Wasserstoffsuperoxyd, Borsäure und deren Salze u. dergl.

7. Die Anwendung solcher Klärmittel, welche im Biere verbleiben.

829. — *Beurtheilung.* — *Klarheit.* — Ein Bier ist klar, wenn in nicht zu dichter Schichte (ca. 6—8 cm.) kein suspendirten Theilchen sichtbar sind.

Die Klarheit eines Bieres kann beeinträchtigt werden :

a) Durch Harztrübung : Staubige Trübung von geringer Intensität. — Die mehr oder weniger kugelförmigen Ausscheidungen setzen sich nicht ab, lösen sich in Alkalilauge, Aether und Alkohol.

b) Durch Eiweiss-(Glutin-) Trübung. Flockige Ausschei dungen, welche sich zum Theile absetzen. -- Die Trübung verschwindet beim gelinden Erwärmen des Bieres.

c) Durch Kleister- (Stärke und Erythrodextrin) Trübung : Flockige und häutige Ausscheidungen, welche die Jodreaction zeigen.

d) Durch Hefetrübung, grobflockig bis dicht. — Unter dem Mikroskope sind Sprossverbände und einzelne Hefezellen zu erkennen.

e) Durch Bakterientrübung : Fein und dicht; auch bei geringer Intensität verliert das Bier den Glanz. — Unter dem Mikroskope zeigen sich Bacillen, Pediokokken und Sarcina.

(A suivre.)

BIER.

829bis. — *Beurtheilung.* — *Klarheit.* — Bei der Beurtheilung :

1. Biere mit reiner Harz-, Eiweiss oder Stärketrübung sind nicht zu beanständen;

2. Ein leichter Hefeschleier (« staubig ») ist zulässig, doch darf sich nach 24 stündigem Stehen bei Zimmertemperatur ein merklicher Hefeabsatz nicht gebildet haben;

3. Bacterientrübe-Biere, in welchen Bacterien fast ausschliesslich oder neben Hefe in überwiegender Menge vorkommen, sind als verdorben anzusehen.

Geschmack und *Geruch.* — Beim Bier ist nur ein ausgesprochen fremdartiger Geschmack oder Geruch zu beanständen.

Farbe. — Die Farbe muss lediglich von den Röstproducten des Malzes, resp. Farbmalzes herrühren. Anderweitige Farbstoffe sind ausgeschlossen.

Die Farbentiefe hängt von den Anforderungen der Consumenten ab, und kann niemals Grund sein zur Beanständung vom gesundheitlichen Standpunkte.

Chemische Zusammensetzung. — Bier ohne nähere Bezeichnung des Gehaltes darf nicht unter 1.8 und nicht über 5.5 Gewichts-Percent Alkohol, nicht unter 3 1/2 und nicht über 10 p. c. Extract enthalten.

Die ursprüngliche Concentration der Würze, aus welcher das Bier erzeugt wurde, darf nicht unter 9 und nicht über 18 Saccharometergrade (nach Balling) betragen.

Als geringster wirklicher Vergährungsgrad ist

bei leichten Bieren	(von 9—11° S.)	40 p. c.
» stärkeren »	(über 11° S.)	44 p. c.

noch zulässig.

Bei Bieren deren Grädigkeit (respective Alkohol- und Extractgehalt) nicht innerhalb dieser Grenzen liegt, muss die Gradhältigkeit der Stammwürze angegeben werden.

Der Säuregehalt (exclusive der Kohlensäure) darf bei 9—12 grädigen Bieren 0.25 und bei stärkeren Bieren 0.35 p. c. (berechnet auf Milchsäure) nicht übersteigen.

Biere deren Acidität unter 0.06 p. c. Milchsäure beträgt, sind der Neutralisation verdächtig.

Der Gehalt an Essigsäure soll 0.06 und an Schwefligsäure 0.002 p. c. nicht übersteigen.

Der Gehalt des Bieres an Kohlensäure ist ein sehr variabler, soll aber unmittelbar nach dem Ablassen, bezw. Ausgiessen des Bieres in das Trinkgefäss noch mindestens 0.10 Gewichts-Percent betragen.

Der Stickstoffgehalt des Bierextractes soll nicht unter 0.06 p. c. sinken. Ist derselbe geringer, so liegt der Verdacht vor, dass ein Theil des Malzes durch stickstoffarme Surrogate ersetzt wurde.

Normale Biere enthalten im Maximum 0.25 p. c. Glycerin und 0.3 p. c. Asche.

SPRIT, SPIRITUOSEN (TRINKBRANNTWEINE UND LIQUEURE).

Sprit.

830. — *Definition.* — Zur Herstellung von Spirituosen, beziehungsweise als Zusatz zu Nahrungs- und Genussmitteln geeigneter Sprit (Feinsprit, Primasprit, Weinsprit, Weingeist, höchst rectificirter Spiritus) ist raffinirter, wasserhältiger Alcohol, welcher mindestens 80 Vol.-Perc. Aethyalcohol und nicht mehr als 0.1 Vol.-Perc. (auf 100 Volumtheile absoluten Alcohol des Sprites gerechnet) der übrigen, durch den Raffinationsprocess nicht völlig entfernten normalen Gährungsproducte (Fuseloele, etc.) sowie nur Spuren von Aldehyd enthält.

831. — *Untersuchung.* — Dieselbe erstreckt sich auf spec. Gew., Alcoholgehalt, Abdampfrückstand, Saüren, Aldehyd, Furfurol, höhere Alcohole, Ester, sowie Denaturirungsmittel und erfolgt nach den Methoden welche von den österr. Versuchs-Stationen beschlossen und in der österr.-ungarischen Zeitschrift für Zuckerindustrie und Landwirthschaft 1897 publicirt sind.

Spirituosen.

(*Trinkbranntweine und Liqueure.*)

832. — Spirituosen sind alcoholische Getränke, deren Alcoholgehalt mindestens 20 Vol.-Perc. beträgt und gänzlich oder zum grösseren Theile aus einem Destillationsprocesse stammt.

Spirituosen, welche weniger als 20 Vol.-Perc. Alcohol enthalten, sind als gewässert zu bezeichnen.

833. — *Natur-Spirituosen (Naturbranntweine.)* — Naturbranntweine sind aus vergohrenen Pflanzensäften oder vergohrenen Maischen — mit oder ohne Zuckerzusatz vor dem Gährungsprocesse — durch Destillation hergestellte Spirituosen, welche ein charakteristisches, aus den Muttersubstanzen stammendes angenehmes Aroma besitzen, das durch bestimmte höhere Alcohole, Ester, ätherische Oele oder andere flüchtige, aromatische Substanzen bedingt ist.

Der Extractgehalt (Gesammt-Trockensubstanz) der echten Naturbranntweine darf höchstens 1 Gramm in 100 c. c. betragen; nur bei Rum und Cognac darf ein etwas höherer Extractgehalt (bis zu 2 p. c., davon muss aber mindestens 1 p. c. Zucker sein) tolerirt werden.

Färbige Naturbranntweine dürfen ihre Farbe nur den Extractivstoffen der Lagerfässer oder geringen Zusätzen von Extractivstoffen der Muttersubstanzen, aus denen sie gewonnen wurden, oder einem geringen Zusatze von Zuckercouleur (Caramel) verdanken. Beträgt die Gesammt-Trockensubstanz

eines Branntweines mehr als 1 p. c. (bei Rum und Cognac mehr als 2 p c.) so ist derselbe nicht als Naturbranntwein. sondern als unter n° 834 fallender versetzter Branntwein zu bezeichnen.

Der Gehalt der Naturbranntweine (speciell mancher Cognac-Sorten) an höheren Alcoholen, ist oft nicht unbedeutend und kann bei notorisch echten Branntweinen dieser Gattung auch 1 Vol.-Perc. (bezogen auf den Gehalt an absolutem Alcohol) erreichen.

834. — *Künstliche oder versetzte Spirituosen* (Kunstbranntweine oder versetzte Branntweine). — Künstliche oder versetzte Spirituosen sind Mischungen von reinen Spriten (eventuell auch Naturbranntweinen) mit Wasser, die ausserdem noch Zucker (und andere erlaubte Süsstoffe), flüchtige aromatische Substanzen, vegetabilische Extractivstoffe, sowie erlaubte Farbstoffe enthalten können.

Der Fuselölgehalt dieser Spirituosen darf 0.1 p. c. nicht überschreiten, wobei diese Grenzzahl, ebenso wie bei Sprit, auf 100 Vol.-Theile absoluten Alcohol in dem betreffenden Spirituosum zu beziehen ist.

Eine höhere Grenzzahl als 0.1 p. c. darf nur bei versetzten Spirituosen tolerirt werden,deren Alcoholgehalt nachweislich zum grösseren Theile von einem Natur-Branntweine stammt, der notorisch mehr als 0.1 p. c. höhere Alcohole enthält.

Der gewöhnlichste Süsstoff der versüssten Spirituosen ist Rohrzucker. Andere dafür erlaubte Süsstoffe sind Honig, reiner (säurefreier) Invertzucker, reiner Traubenzucker, sowie ähnliche Kohlehydrate. Glycerin darf nur in der Menge von höchstens 1 gr. auf 100 c. c. des Spirituosum verwendet werden. Werden Saccharin und ähnliche Süsstoffe der Benzolreihe zur Versüssung verwendet, so ist dies ausdrücklich auf der Etikette ersichtlich zu machen.

Die flüchtigen aromatischen Substanzen, welche zur Herstellung von versetzten Spirituosen verwendet werden, sind die ätherische Oele und die Ester.

Die ätherischen Oele werden den versetzten Spirituosen

entweder direct zugesetzt oder stammen daher, dass der verwendete Sprit mit Pflanzentheilen, welche diese Oele enthalten, destillirt, bezw. digerirt wird.

Die Ester, welche als Zusatz zu Spirituosen (vorwiegend bei der Herstellung von Façon-Rum und Façon-Cognac) verwendet werden, sind meist künstlich dargestellt, wie z. B. Ameisensäure-Aethylester, Essigsäure-Aethylester, Essigsäure-Amylester (Birnaether), Buttersäure-Aethylester (Anasaether), Valeriansäure-Amylester (Apfelaether), Oenanthaether (Caprinsäure-Isoamylester), etc.

Als Substanzen, welche nur spurenweise geduldet werden dürfen, seien speciell genannt : Oxyde oder Salze mancher Schwermetalle (Spuren von Kupfer finden sich oft in Folge der Benützung kupferner Kühlschlangen bei den Destillirapparaten), Thonerde (von Farblacken oder von zur Klärung benütztem Alaun herstammend), Blausäure, Salicylsäure, Aldehyd, etc.

Gänzlich unstatthaft ist dagegen ein Gehalt von freien unorganischen Säuren, wie Salzsäure, Schwefelsäure, nicht ausdrücklich zulässig erklärten Theerfarbstoffen, von unechtem Bittermandelöl (Nitrobenzol oder Mirbanöl), von schädlichen Bitterstoffen, wie Aloe, Gummigutti und endlich von Holzgeist, Aethyläther, Pyridinbasen, etc.

Einfache Branntweine : Versetzte Spirituosen, welche zwischen 20 und 30 Vol.-Perc. Alcohol und unter 10 gr. Zucker in 100 c. c. enthalten.

Doppelte Branntweine : Versetzte Spirituosen, welche über 30 Vol.-Perc. Alcohol und unter 10 gr. Zucker in 100 c. c. enthalten.

Liqueure : Versetzte Spirituosen, welche mindestens 10 gr. Zucker in 100 c. c. enthalten.

Façon-Spirituosen oder imitirte Spirituosen : Alle jene versetzten Spirituosen, welche die Bezeichnung eines Naturbranntweines oder Liqueurs (seltener doppelten Branntweines)

tragen, ohne dass ihnen diese Bezeichnung nach ihrem Ursprunge oder ihrer Darstellungsweise zukommt. Am häufigsten werden Façon-Rum, und Façon-Cognac angetroffen.

835. — *Untersuchung der Spirituosen.* — Dieselbe kann sich auf alle bei der Untersuchung des Sprites genannten Körper erstrecken und hat eventuell ausserdem noch auf Metalle, Blausäure, Zuckerarten, Saccharin, ätherische Oele, Farbstoffe, Bitterstoffe und andere pflanzliche Extractivstoffe, Alcaloïde, etc. Rücksicht zu nehmen.

Die Untersuchung der Spirituosen erfolgt gleichfalls nach den Methoden, welche von den österr. Versuchs-Stationen beschlossen und in der öst.-ung. Zeitschrift für Rübenzucker-Industrie und Landwirthschaft 1897 publicirt sind.

SPEISE-ESSIG.

836. — *Definition.* — Speise-Essig ist wässerige Essigsäure von mindestens 3 p. c. Gehalt an Essigsäurehydrat und darf jene Stoffe in entsprechenden Mengen enthalten, welche aus zu seiner Darstellung dienenden Materialien (z. B. Wein, Bier, Obstwein, Trebern, Malzauszug) oder aus erlaubten Zusätzen (z. B. Estragon, Estragonöl, Bertram, Lorber, Himbeeren, Erdbeeren, Weichsel, sowie die im Abschnitt Spirituosen als erlaubt genannten Zusätze) herstammen.

Gewürzhafte Zusätze (z. B. Pfeffer, Paprika, Senf, etc.), sind zu declariren.

837. — *Charakteristik.* — Speise-Essig muss klar sein und frei von freien unorganischen Säuren, den Verbindungen schwerer Metalle, von empyreumatischen, im Holzessig enthaltenen Stoffen, sowie überhaupt frei von allen Stoffen, welche mit der Absicht auf Täuschung über die Qualität zugesetzt werden.

Hochgradiger Essig, welcher für Genusszwecke mit Wasser

verdünnt werden muss, heisst Essigessenz und ist in der Regel aus reiner hochprocentiger Essigsäure durch Verdünnen mit Wasser beziehungsweise aus Sprit hergestellt. Als Essigessenz kommt auch hochpercentige Essigsäure für sich in Handel. Unversetzter Spritessig enthält nur belanglose Mengen von Extract und Asche.

Die als Zusatz bei Spirituosen verbotenen Körper sind ebenfalls als Zusätze für Speiseessig verboten.

838. — *Untersuchung.* — Bestimmung des *spec. Gew.* und des *Gehaltes an Essigsäure* durch Titration.

Prüfung auf *freie Mineralsäure.*

Prüfung auf *scharfschmeckende Stoffe* durch Eindampfen einer Probe des neutralisirten Essigs und Verkosten des Rückstandes.

Prüfung auf Bestandtheile des *rohen Holzessigs.*

Prüfung auf *Metalle.*

Bestimmung von *Extract, Asche;* speciell bei Weinessig ausserdem noch Weinsäure, Weinstein oder bei Abwesenheit von Weinsäure und Weinstein Kali und Phosphorsäure, welche Stoffe in analogen Mengen wie bei Wein vorhanden sein müssen.

Zur Prüfung auf *Aldehyd, Alcohol* und andere flüchtige Substanzen wird der Essig mit Natronlauge schwach alkalisch gemacht, destillirt und dann das Destillat nach den für die Spirituosen geltende Vorschriften weiter untersucht.

Essigälchen dürfen im Essig nicht vorkommen.

GEBRAUCHSGEGENSTÄNDE.

Glasirte Geschirre.

839. — *Gefässe aus Thon.* — Solange es nicht möglich erscheint Bleiglasuren überhaupt auszuschliessen, müssen an Thongeräthe, die zur Herstellung von Speisen und zur

Aufbewahrung von Getränken dienen sollen, folgende Anforderungen gestellt werden :

Die Glasur muss mit der Unterlage gut verschmolzen sein und darf nicht abblättern; wird das zu prüfende Gefäss mit 4 p. c. iger Essigsäure gefüllt und die Flüssigkeit unter Ersatz des verdampfenden Wassers eine halbe Stunde gekocht, hierauf die verdünnte Essigsäure noch warm mit Schwefelwasserstoff behandelt, so darf nicht sofort eine Abscheidung von Schwefelblei erfolgen.

Zum Aufbewahren von Speisen sollen Geräthe, die mit einer Bleiglasur versehen sind, überhaupt nicht benützt werden.

Emaillirte Gefässe.

840. — *Gefässe aus emaillirtem Eisen.* — An emaillirte Gefässe sind folgende Anforderungen zu stellen : die Emaille darf nicht abblättern und nicht rissig werden; an 4 p. c. Essigsäure darf dieselbe kein Blei abgeben, die Prüfung ist wie bei Thongeräthen angegeben, durchzuführen. Zinkoxydhaltige Emaille ist unstatthaft, da dieselbe leicht angegriffen wird.

Sonstige Metallgeräthe.

841. — *Gefässe und Geräthschaften aus Kupfer und kupferreichen Legirungen.* (Messing, Packfong, Argentan u. dgl.) — Kupfer und Messing finden vielfach Verwendung zur Herstellung von Kesseln, Pfannen, Mehlspeiseformen und ähnlichen Geräthschaften; Messingblech wird ausserdem noch zur Herstellung von Trichtern, Schöpf- und Seihelöffeln benützt. Alle derartigen Gegenstände müssen auf den mit den Speisen und Getränken in Berührung kommenden Flächen verzinnt werden; zum Verzinnen darf nur bleifreies Zinn Verwendung finden. Die Verzinnung ist in gutem Zustande zu erhalten, resp. nöthigenfalls zu erneuern.

Die Verwendung von sägeartigen Instrumenten aus Messing oder Packfong, sogenannten Salzsägen, ist unstatthaft.

Argentan, Packfong und ähnliche Nickelenthaltende Kupferlegierungen finden zur Herstellung von Löffeln, Schöpflöffeln, Schüsseln, Tassen u. s. w. Verwendung. Da es nicht möglich erscheint, den Gebrauch solcher Geräthe zu verbieten, so ist in geeigneter Weise darauf hinzuweisen, dass die betreffenden Gegenstände stets blank gehalten werden müssen und nicht länger als es unbedingt erforderlich ist, mit den Speisen in Berührung bleiben dürfen.

Versilberte derartige Gegenstände sind selbstverständlich unbedenklich.

842. — *Verzinnte Eisenblechgeräthe.* — Zur Verzinnung darf nur bleifreies Zinn Verwendung finden. Das Lot darf nicht mehr als 10 p. c. Blei enthalten und ist womöglich an der Aussenseite anzubringen.

Die Untersuchung der Verzinnung und dès Lotes ist gewichtsanalytisch auszuführen. Zu diesem Behufe ist eine genügende Menge abzukratzen, dann zu untersuchen und aus den Analysenzahlen das Verhältniss von Zinn zu Blei zu berechnen, unter Ausschluss des mechanisch mit abgekratzten Eisens.

843. — *Zinngeräthe.* — Aus Zinn hergestellte Gegenstände, welche mit Lebensmitteln in Berührung kommen, wie Teller, Schüsseln, Krüge, Kannen, Löffel, Deckel für Biergläser, Bierpressionen, Syphonköpfe, Fasshähne, Metalltheile an Kindersaugflaschen, dann kleine als Kinderspielzeug dienende Essgeräthe, müssen mindestens 90 p. c. Zinn und dürfen höchstens 10 p. c. Blei enthalten.

Zinnfolie, welche direct zum Einwickeln von Esswaaren benützt werden soll, muss bleifrei sein.

Arsen darf sich in dem für die angeführten Zwecke verwendeten Zinn nicht nachweisen lassen.

Die Verwendung des sogenannten Britanniametalles, einer Legirung von 90 p. c. Zinn und 10 p. c. Antimon (eventuell mit einem geringen Kupfergehalt) zu Löffeln, Schöpflöffeln,

Tassen u. dgl. ist statthaft, doch darf diese Legirung ebenfalls nicht mehr als 1 p. c. Blei enthalten.

844. — *Gegenstände aus anderen Metallen.* — *Zink,* bezw. Zinkblech darf für solche Geräthe, die zur Herstellung oder Aufbewahrung von Speisen oder Getränken dienen sollen oder mit solchen in irgend welche Berührung kommen, nicht verwendet werden.

Die Verwendung von *Bleigeräthen* ist selbstverständlich unstatthaft.

Der Benützung von Geräthen aus technisch reinem *Nickel* oder *Aluminium* steht hingegen nichts im Wege.

Kautschukwaaren.

845. — Schläuche, die zum Ablassen von Bier, Wein und Essig bestimmt sind, Schläuche, Stopfen und Mundstücke für Saugflaschen, Warzenhütchen, Trinkbecher, dann Dichtungsringe für Conservenbüchsen dürfen nicht mit Blei- oder Zinkverbindungen beschwert sein. Schwefelantimon enthaltende Gegenstände dürfen an verdünnte Weinsäurelösung kein Antimonoxyd abgeben.

Die Prüfung von Kautschukwaaren auf Blei- und Zinkverbindungen wird in der Weise ausgeführt, dass ein Stück des betreffenden Gegenstandes bei möglichst niederer Temperatur verkohlt und die Kohle dann mit heisser Salpetersäure ausgezogen wird. Die Lösung ist mit Schwefelwasserstoff auf Blei, bezw. mit Schwefelammon auf Zink zu prüfen. Die beim Behandeln mit Salpetersäure ungelöst gebliebene kohlige Masse ist mit einer ammoniakalisch gemachten Lösung von essigsaurem Ammon gelinde zu erwärmen, dann das Filtrat, welches Bleisulfat enthalten kann, mit Schwefelwasserstoff zu prüfen.

J.-B. A.

MÉTHODES SUIVIES EN ALLEMAGNE.

Cet exposé consiste en extraits des « **Vereinbarungen zur einheitlichen Untersuchung und Beurtheilung von Nahrungs- und Genussmitteln sowie Gebrauchsgegenständen für das Deutsche Reich; ein Entwurf festgestellt nach den Beschlüssen der auf Anregung des Kaiserlichen Gesundheitsamtes einberufenen Kommission deutscher Nahrungsmittel-Chemiker** (Berlin, J. Springer, 1897, 1899, 1902) ».

Il a été complété, en ce qui concerne les instructions officielles relatives à l'analyse des graisses et des fromages (1898), des eaux-de-vie (1900), des vins et des boissons vineuses (1896), des denrées colorées artificiellement (1887), d'après l'ouvrage de M. le professeur-Dr K. von Buchka : « **Die Nahrungsmittelgesetzgebung im Deutschen Reiche** (Berlin, J. Springer, 1901). »

Les réunions de la Commission des chimistes allemands qui a préparé les conventions au sujet des méthodes d'analyse ont été présidées par M. le Dr Köhler, Directeur de l'Office sanitaire de l'Empire.

Voici, pour les diverses parties du travail, les dates, ainsi que les noms des rapporteurs du bureau de la Commission, des auteurs et des collaborateurs :

	REFERENTEN DES AUSSCHUSSES.	VERFASSER.	MITARBEITER, NÄCHSTBETHEILIGTE MITGLIEDER.
Algemeine Untersuchungsmethoden (1897).	»	Prof.-Dr J. König (Münster). Dr A. Bömer (Münster).	»
Konservirungsmittel (1897).	Prof.-Dr J. König (Münster).	Prof.-Dr G. Rupp (Karlsruhe). Dr K. Windisch (Berlin).	»
Fleisch und Fleischwaaren (1897).	Id.	Prof.-Dr A. Kossel (Marburg).	Dr Mayrhofer. Dr H. Röttger (Würzburg).
Wurstwaaren (1897).	Id.	Dr A. Hasterlik (München).	»

	REFERENTEN DES AUSSCHUSSES.	VERFASSER.	MITARBEITER, NÄCHSTBETHEILIGTE MITGLIEDER.
Fleischextrakt und Fleischpepton (1897).	Prof.-Dr J. König (Münster).	Prof.-Dr A. Stutzer (Bonn). Dr A. Bömer (Münster).	»
Milch und Molkereierzeugnisse (1897).	Id.	Dr Fleischmann.	Dr H. Weigmann (Kiel).
Käse (1897).	Id.	Dr Weigmann.	»
Speisefette und Oele (1897).	Id.	Dr R. Sendtner (München). Dr Fleischmann.	»
Mehl und Brot (1899).	Prof.-Dr A. Hilger (München).	Prof.-Dr L. Wittmack (Berlin). Dr A. Halenke (Speier). W. Möslinger.	»
Gewurze (1899).	Id.	Prof.-Dr Hilger. Dr Späth.	Dr B. Fischer (Breslau).
Essig (1899).	Id.	Dr H. Stockmayer (Nürnberg). Dr Metzger (Nürnberg).	»
Zucker (1899).	Prof.-Dr K. von Buchka (Berlin).	Prof.-Dr Herzfeld. Prof.-Dr Saare. Dr L. Janke (Bremen).	»
Zuckerwaaren (1899).	Id.	Dr L. Janke.	»
Fruchtsäfte und Gelées (1899).	Id.	Dr W. Fresenius.	Dr C. Amthor. Prof.-Dr Beckurts (Braunschweig). Th. Weigle. Dr K. Windisch.
Gemuse und Fruchtdauerwaaren (1899).	Prof.-Dr J. Konig (Münster).	Prof. Rupp (Carlsruhe).	Dr Röttger (Würzburg).
Honig.	Prof.-Dr A. Hilger.	Dr C. Amthor (Strassburg). G. Rupp. Dr Th. Weigle (Nürnberg).	»

	REFERENTEN DES AUSSCHUSSES.	VERFASSER.	MITARBEITER, NÄCHSTBETHEILIGTE MITGLIEDER.
Wein, weinhaltige und weinähnliche Getränke (1896).	(1).	»	»
Branntweine und Liköre (1899).	Prof.-Dr K. von Buchka.	Dr W. Fresenius (Wiesbaden). Dr K. Windisch (Berlin).	L. Medicus. Dr H. Röttger (Würzburg).
Kunstliche Süsstoffe (1899).	»	Prof.-Dr K. von Buchka.	»
Wasser (1899).	Prof.-Dr J. Konig.	Prof.-Dr Hintz (Wiesbaden). Dr Janke (Bremen). Dr Ohlmüller.	»
Bier (1902).	Prof.-Dr K. von Buchka.	Prof. L. Aubry (München).	Prof.-Dr M. Delbrück (Berlin).
Kaffee und Kaffee-Ersatzstoffe (1902).	Prof.-Dr J. Hilger.	Dr A. Forster (Plauen).	»
Thee (1902).	Id.	Dr J. Mayrhofer (Mainz). Prof.-Dr Hilger.	Dr H. Beckurts.
Kakao und Chokolade (1902).	Id.	Prof.-Dr H. Beckurts (Braunschweig).	»
Ess-Trink und Kochgeschirre, Farben (1902).	Id.	Dr A. Forster.	Dr Stockmayr.

(1) Travail élaboré par le Kaiserliches Gesundheitsamt.

ALLGEMEINE UNTERSUCHUNGSMETHODEN.

846. — *Bestimmung des Wassers.* — Es wird der nach dem Trocknen der Substanzen festgestellte Gewichtsverlust als « Wasser » bezeichnet.

1. In festen Stoffen. — *a*) Bei festen lufttrockenen Stoffen trocknet man nach hinreichender Zerkleinerung derselben eine bestimmte Gewichtsmenge (etwa 5—10 gr.) in einem Trockenschranke bei 100—105° C. bis zum konstanten Gewichte.

b) Bei sehr wasserreichen festen Stoffen (Fleisch, Wurzelgewächsen, Gemüsen, etc.) empfiehlt sich ein Vortrocknen bei ca. 40—50° C. im Dampftrockenschranke.

2. In syrupartigen Massen und Flüssigkeiten. — Bei syrupartigen, gelatinösen und ähnlichen Massen sowie bei Flüssigkeiten ermittelt man den Wassergehalt in der Weise, dass man eine Platinschale mit etwa 20 gr. Seesand oder einer entsprechenden Menge mässig feingepulverten Bimssteins und einem kleinen leichten Glasstäbchen oder vortheilhafter mit einem kurzen, beiderseits zugeschmolzenen dünnen Glasröhrchen beschickt, die Schale mit Inhalt ausglüht, im Exsikkator vollkommen erkalten lässt und wägt.

In dieser so vorbereiteten Platinschale wägt man soviel der zu untersuchenden Stoffe ab, als 1—2 gr. Trockensubstanz entspricht, dampft im Wasserbade ein und trocknet.

847. — *Bestimmung des Stickstoffs und seiner Verbindungen.* — 1. Bestimmung des *Gesammtstickstoffes.* — Nach der Methode von Kjeldahl.

2. Trennung der Stickstoffverbindungen.

a) Bestimmung des *Eiweissstickstoffes* nach A. Stutzer. — Durch Multiplikation des gefundenen Stickstoffes mit 6,25 findet man den Gehalt der Substanz an « Reineiweiss » oder « Reinproteïn ». Die Differenz zwischen Gesammtstickstoff und Reineiweissstickstoff (sowie etwa vorhandener kleinen Mengen Alkaloïdstickstoff) bezeichnet man als « Amidstickstoff ».

b) Bestimmung des *Ammoniaks*. — Zur Bestimmung des Ammoniakgehaltes einer Flüssigkeit oder einer wässerigen bezw. schwach angesäuerten Lösung eines festen Körpers destillirt man dieselbe unter Zusatz eines hinreichenden Ueberschusses an frisch geglühter Magnesia, nöthigenfalls unter Zusatz von Wasser, leitet das Destillat in eine abgemessene Menge Normal-Säure, und verfährt im Uebrigen wie bei der Bestimmung des Gesammtstickstoffes nach Kjeldahl.

c) Bestimmung der *Salpetersäure*. — In ihren wässerigen Lösungen nach einer der folgenden Methoden :

α) Methode von Schlösing-Wagner mit der Abänderung von Schulze-Tiemann;

β) Methode von K. Ulsch durch Reduktion mit Eisen und Schwefelsäure;

γ) Methode von Böttcher, durch Reduktion mit Zinkstaub und Eisenpulver in alkalischer Lösung.

848. — *Bestimmung des Fettes* (Aetherextrakt der wasserfreien Substanz). — 5—10 gr. der gemahlenen oder gut gepulverten Substanz werden bis zur Erschöpfung extrahirt. Der Aether wird abdestillirt, der Rückstand eine Stunde im Wasserdampftrockenschrank getrocknet, im Exsikkator erkalten gelassen und gewogen.

849. — *Bestimmung der freien Fettsäuren.* — Der gewogene Aetherextrakt oder eine abgewogene Menge des zu untersuchenden Fettes werden entweder :

a) in säurefreiem Aether gelöst und mit alkoholischer 1/10- oder 1/20-Normal-Kalilauge gesättigt, oder

b) in einem säurefreien Gemisch von gleichen Theilen Aether und Alkohol gelöst und mit wässeriger 1/10- oder 1/20-Normal-Kalilauge gesättigt, wobei man, falls sich die Lösung trübt, gelinde erwärmt.

Die zur Sättigung der freien Fettsäuren verbrauchte Anzahl c.c. Alkalilauge drückt man aus entweder in

1. Säuregraden, worunter man die Anzahl c.c. Normal-

Alkalilauge versteht, welche zur Sättigung von 100 gr. des Fettes erforderlich sind, oder

2. als freie Säure (= Oelsäure) in Procenten des Fettes.

1 c.c. Normal-Alkalilauge entspricht 0,282 gr. Oelsäure.

850. — *Bestimmung der stickstoffreien Extraktstoffe (Kohlenhydrate).* — 1. Bestimmung der *löslichen Kohlenhydrate* in festen Körpern. — Man digerirt 10—25 gr. der möglichst fein zerkleinerten Substanz in einem 500 c.c.-Kolben mit etwa 250 c.c. Wasser bei Zimmertemperatur etwa 1 Stunde unter häufigem Umschütteln, oder man schüttelt 1/2 Stunde im Schüttelapparate, füllt bis zur Marke mit kaltem Wasser auf und filtrirt nach kurzem Absetzenlassen, event. unter Zusatz von einem indifferenten Klärungsmittel, durch ein trocknes Faltenfilter oder besser durch ein trocknes Asbestfilter.

a) Bestimmung der *Gesammtmenge der wasserlöslichen Kohlenhydrate.* — 50 oder 100 c.c. der obigen Lösung befreit man durch Aufkochen und Filtriren von gelöstem Albumin, dampft dieselben zur Trockne, trocknet bei 100—105° C., wägt, verascht und wägt wiederum.

b) Bestimmung der *Zuckerarten durch* Anwendung der *alkalische Kupferlösung.* — 1. Bestimmung der *direkt reducirenden* Zuckerarten : entweder auf maassanalytischem Wege oder gewichtsanalytisch.

2. Bestimmung des *Rohrzuckers :* durch Inversion mittelst Salzsäure oder Invertin.

3. Bestimmung der *Dextrine :* durch Inversion mit Salzsäure.

Man stellt 3 Lösungen in etwa 200 c.c. Wasser dar, erwärmt mit 20 c.c. Salzsäure (von 1.125 spec. Gew.) 1, 2 und 3 Stunden lang im kochenden Wasserbade. Jede der Lösungen wird nach dem Erhitzen rasch abgekühlt, mit Natronlauge neutralisirt und soweit verdünnt, dass die Lösung höchstens 1 p. c. Dextrose enthält. In 25 c.c. jeder Lösung wird die Dextrose bestimmt. Das höchste Resultat von den

3 Lösungen (nach 1, 2 und 3 Stunden) wird mit 0.90 multiplicirt.

c) Bestimmung der *Zuckerarten durch Polarisation.* — 1. Bestimmung des *Rohrzuckers.* — Specifische Drehung bei 17,5° C. : + 66,5°.

Im 200 mm-Rohr bei 17,5° C., entspricht 1° Drehung :

Im Polarisationsapparat von	Gr. Rohrzucker in 100 c.c. Lösung.
Mitscherlich, Laurent, Wild mit Kreisgradtheilung . .	0.75 gr.
Soleil-Ventzke-Scheibler / Schmidt und Hänsch } mit Zuckerskala	0.26048 »
Soleil-Dubosq mit Zuckerskala	0.16350 »

2. Bestimmung der *Dextrose.* — Bei verdünnten (bis zu 14 gr. Dextrose in 100 c.c.) Lösungen beträgt die specifische Drehung + 53°, während dieselbe bei koncentrirteren Lösungen nicht unerheblich grösser ist.

Da die krystallisirte Dextrose Birotation zeigt, so darf die Polarisation erst nach 24 stündigem Stehen der Lösung in der Kälte oder nach 1/4 stündigem Erwärmen auf 100° C. vorgenommen werden.

Im 200 mm-Rohr entspricht 1° Drehung :

Im Polarisationsapparat von	Gr. Dextrose in 100 c.c. Lösung.
Mitscherlich, Wild u. Laurent m. Kreisgradtheilung .	0.9434 gr.
Soleil-Ventzke-Scheibler / Schmidt und Hänsch } mit Zuckerskala	0.3268 »
Soleil-Dubosq mit Zuckerskala	0.2051 »

d) Trennung der löslichen Kohlenhydrate von einander. — 1, Trennung der *Dextrine* von den *Zuckerarten.* — Ein etwa 2.5 gr. Trockensubstanz entsprechender Theil der Flüssigkeit wird fast bis zur Trockne eingedampft, der Syrup in 10 oder 20 c.c. warmen Wassers gelöst und die Lösung unter fortwährendem Umrühren allmählich mit 100 bezw. 200 c.c. Alkohol von 95 Vol.-Proc. versetzt. Nachdem sich der Niederschlag abgesetzt hat, filtrirt man die alkoholische Lösung ab und wäscht mit kleinen Mengen Alkohol aus. Der Rück-

stand wird in Wasser gelöst, eingedampft, abermals in 10 c.c. Wasser gelöst und in derselben Weise nochmals mit Alkohol behandelt

In derselben Weise empfiehlt es sich, die erste alkoholische Lösung von Alkohol zu befreien, den Rückstand in 10 c.c. Wasser zu lösen und wie vorhin nochmals mit Alkohol zu fällen.

Die vereinigten alkoholischen Filtrate werden durch vorsichtiges Erwärmen auf dem Wasserbade von Alkohol befreit und zur Bestimmung und Trennung der Zuckerarten auf ein bestimmtes Volumen gebracht.

Der Rückstand der Alkoholfällung enthält die Dextrine. Man löst denselben in heissem Wasser und bestimmt die Dextrine nach *b*, 3.

2. Bestimmung des ***Invertzuckers*** und ***Rohrzuckers*** neben einander. — *a*) Bestimmung des Invertzuckers. — Wenn der Invertzucker gewichtsanalytisch durch Kochen mit überschüssiger Kupferlösung bestimmt werden soll, so muss man Korrektionen anbringen.

Wenn man den Invertzucker maassanalytisch bestimmt, so wirkt der Rohrzucker nicht vermehrend auf die Reduktion der Kupferlösung.

b) Bestimmung des Rohrzuckers. — Man invertirt einen anderen Theil der Zuckerlösung, die Summe des Invertzuckers bestimmt, und hiervon den vor der Inversion vorhandenen Invertzucker abzieht. Die übrig bleibende Invertzuckermenge wird mit 0.95 multiplicirt.

Die Bestimmung kann auch durch Polarisation der zuckerhaltigen Lösung vor und nach der Inversion nach dem Vorschlage von Clerget ausgeführt werden.

3. Bestimmung des ***Invertzuckers*** neben ***Dextrose*** bezw. anderer Zuckerarten nebeneinander. — Man bedient sich der Eigenschaft der Zuckerarten, Fehling'sche Kupferlösung und Sachsse'sche Quecksilberlösung in verschiedenen, aber unter gleichen Arbeitsbedingungen konstanten Verhältnissen zu reduciren.

ZUCKERART.	1 GR. ZUCKER IN 1 PROC. LÖSUNG REDUCIRT	
	Fehling c.c.	Sachsse c.c.
Traubenzucker (Dextrose)	210.4	302.5
Invertzucker	202.4	376.0
Lävulose	194.4	449.5
Milchzucker	148.0	214.5
Desgl. (nach der Inversion).	202.4	257.7
Galaktose	196.0	226.0
Maltose	128.4	197.6

Wenn man Zuckerlösungen von 1 p. c. Gehalt an zwei verschiedenen Zuckerarten, z. B. an Dextrose und an Invertzucker einerseits mit Kupferlösung (Fehling) anderseits mit Quecksilberlösung (Sachsse) titrirt, so berechnet sich der Gehalt an Dextrose (x) und Invertzucker (y) aus den beiden Gleichungen :

$$210.4\,x + 202.4\,y = \mathrm{F}.$$
$$302.5\,x + 376.0\,y = \mathrm{S}.$$

4. Bestimmung der *Dextrose* und *Lävulose* durch Reduktion und Polarisation. — Ein abgemessener Theil der Zuckerlösung wird mit geeigneten Klärmitteln (Bleiessig u. s. w.) geklärt, und das Filtrat bei 15° C. polarisirt.

In einem anderen Theil des Filtrats bestimmt man nach Entfernung der störenden Bestandtheile von dem Klärmittel den Gesammtzucker gewichtsanalytisch als Invertzucker.

Da der specifische Drehungswinkel (α_D) bei 15° C. in ungefähr 10 p. c. iger Lösung für Dextrose = 52.5°, für Lävulose = — 95.5° ist, so berechnet sich, wenn für 100 c c. Zuckerlösung D = Dextrose, L = Lävulose, s = Gesammtzuc-

ker, α = Drehungsgrade einschliesslich Vorzeichen bei 15° C. und im 100 mm Rohr bedeutet, nach der Gleichung :

$$(\alpha) = -0.995\,L + 0.525\,D$$

oder weil D = s — L und L = s — D ist

$$L = \frac{0.525s - (\alpha)}{1.48} \text{ und } D = \frac{0.955s + (\alpha)}{1.48}.$$

Da in den Laboratorien das Arbeiten bei 15° C. mit Schwierigkeiten verbunden ist, so kann man auch eine Polarisationstemperatur von 20° C. wählen; es ändert sich dann aber die obige Formel in :

$$L = \frac{0.525s - (\alpha)}{1.455} \text{ und } D = \frac{0.930s + (\alpha)}{1.455} \text{ oder } D = s - L$$

Wenn die Mengen Dextrose und Lävulose nicht sehr weit von einander abweichen, so ist der Fehler meist nicht gross und kann das schnell auszuführende Verfahren zur annähernden Ermittelung dienen, während die vorhin erwähnten Titrationsverfahren sicherere Resultate liefern können.

5. Bestimmung von ***Rohrzucker***, *Dextrose*, *Lävulose*, *Maltose*, *Isomaltose* und *Dextrin* nebeneinander. — Man bestimmt :

a) Das Reduktionsvermögen für Fehling' sche Lösung :

α) In der Lösung direkt;

β) Nach der Inversion mit Invertin (bei 50—55°);

γ) In dem Gährrückstande nach dem Vergähren mit einer geeigneten d. h. Maltose nicht vergährenden, reingezüchteten Weinhefe direkt;

δ) In dem nach γ erhaltenen Gährrückstande nach der Inversion mit Salzsäure nach Sachsse mit 1, 2 und 3 Stunden Kochdauer;

b) Die Dextrine durch Alkoholfällung in der ursprünglichen Lösung.

Aus diesen Bestimmungen ergiebt sich :

1. Der Rohrzucker aus der Differenz von α und β;

2. Die Summe von Dextrose und Lävulose aus der differenz von α und γ;

3. Die Summe von Maltose und Isomaltose aus der Differenz von δ und *b*;

4 Der Gehalt an Dextrinen aus *b*.

II. Bestimmung der *Stärke*. — Da das Umwandlungsprodukt der Stärke Dextrose ist, wird der Reduktionswerth der Zuckerlösung auf Dextrose berechnet und deren Menge mit 0.9 multiplicirt.

Unter den vorgeschlagenen Methoden sind folgende am meisten zu empfehlen :

a) 3 gr. der substanz werden, wenn dieselbe Zucker oder Dextrin enthält, erst mehrmals mit kaltem Wasser extrahirt, der Rückstand mit 100 c.c. Wasser gemengt, und in einem Soxhlet' schen Dampftopf 3—4 Stunden lang bei 3 Atmosphären Druck erhitzt. — Man kann sich auch der Reischauer-Lintner' schen Druckfläschchen bedienen, welche 8 Stunden bei 108—110° C. im Glycerinbade erhitzt werden.

Die substanz wird sodann noch heiss durch einen mit Asbest gefüllten Trichter filtrirt und mit siedendem Wasser ausgewaschen.

Der Rückstand darf unter dem Mikroskop keine Stärkereaktion mehr geben.

Das Filtrat wird auf etwa 200 c.c. ergänzt und mit 20 c.c. einer Salzäure von 1.125 spec. Gew. 3 Stunden lang im kochenden Wasserbade erhitzt. Darauf wird rasch abgekühlt und mit Natronlauge soweit neutralisirt, dass die Flüssigkeit noch eben schwach sauer reagirt, dann auf 500 c.c. aufgefüllt und in dieser Lösung event. nach dem Filtriren die gebildete Dextrose gewichtsanalytisch bestimmt.

Will man die Dextrose maassanalytisch bestimmen, so ist die Zuckerlösung auf ein geringeres Volumen zu koncentriren.

b) 3 gr. der Substanz werden mit 50 c.c. Wasser 20 Minu-

ten verkleistert, sodann auf 70° C. abgekühlt, mit 5 c.c. Malzauszug versetzt und 20 Minuten bei 70° C. gehalten. Alsdann fügt man 5 c.c. einer 1 procentigen Weinsäurelösung hinzu, bringt das Gefäss in einen Dampftopf und erhitzt 1/2 Stunde auf 3 Atmosphären. Nach dem Erkalten und Oeffnen des Dampftopfes senkt man das Gefäss wieder in das 70° C. warme Wasserbad und versetzt den Inhalt mit 5 c.c. Malzauszug; nach 20 Minuten spült man den Inhalt des gefässes in einen 250 c.c.-Kolben, filtrirt nach etwa 1/4 Stunde ab, und invertirt 200 c.c. hiervon mit 15 c.c. Salzsäure von 1.125 spec. Gew. Nach dreistündigem Kochen bringt man die invertirte Flüssigkeit in einen 500 c.c.-Kolben, neutralisirt die Salzsäure, füllt bis zur Marke auf und verwendet von dieser Lösung 50 c.c. zur Reduktion der Fehling'schen Lösung. Diese 50 c.c. entsprechen 0.24 gr. Substanz; die in den zugesetzten 10 c.c. Malzauszug enthaltene Kohlenhydratmenge ist zu berücksichtigen.

c) Von der Substanz wird so viel abgewogen, dass der Stärkegehalt nicht über 2 gr. beträgt. Er wird mit lauwarmem Wasser angerieben und mit soviel Wasser gespült, dass die Gesammtmenge desselben etwa 100 c.c. beträgt. Durch Erwärmen im Wasserbade wird nun die Stärke verkleistert, und nach Abkühlung auf 60—65° C. giebt man 15 Tropfen eines Malzauszuges oder einer Lösung von reiner Diastase hinzu.

Es wird sodann 2 Stunden lang auf 60—65° C. erwärmt, auf 200 c.c. aufgefüllt und filtrirt. 100 c.c. des Filtrats werden darauf mit 10 c.c. einer Salzsäure von 1.125 spec. Gewicht versetzt und 3 Stunden lang im kochenden Wasserbade erhitzt, das Ganze mit Natronlauge bis zur schwach sauren Reaktion versetzt und auf 250 c.c. aufgefüllt. Von dieser Lösung werden 25 c.c. zur Bestimmung der Dextrose verwendet. Falls Malzauszug zur Verzuckerung gedient hat, ist der Zuckergehalt desselben zu bestimmen und in Abzug zu bringen.

Diese Methode ist nur dann zu verwerthen, wenn man sich überzeugt hat, dass in dem aufgewaschenen Rückstande der

Filtration unter dem Mikroskop durch Jod keine ungelöste Stärke mehr nachweisbar ist.

851. — *Bestimmung der Rohfaser.* — 3 gr. der feingepulverten, nöthigenfalls entfetteten Substanz werden mit 200 c.c. 1 1/4 procentiger Schwefelsäure genau 1/2 Stunde unter Ersatz des verdampfenden Wassers gekocht, sofort durch ein dünnes Asbestfilter filtrirt und mit heissem Wasser hinreichend ausgewaschen.

Darauf spült man das Filter, mitsammt seinem Inhalt zurück, giebt 50 c.c. Kalilauge hinzu, welche 50 gr. Kalihydrat im Liter enthält, füllt bis zur 200 c.c. auf, kocht wiederum genau 1/2 Stunde unter Ersatz des verdampfenden Wassers, filtrirt durch ein neues Asbestfilter, wäscht mit einer reichlichen Menge kochenden Wassers und darauf, nach Entfernung des Filtrats aus der Saugflasche, je zwei-bis dreimal mit Alkohol und Aether nach.

Das alsdann sehr bald lufttrockene Filter nebst Inhalt bringt man verlustlos in eine ausgeglühte Platinschale und trocknet 1 Stunde bei 100—105° C. Nachdem die Schale im Exsikkator erkaltet ist, wird sie so schnell wie möglich gewogen, darauf kräftig geglüht, im Exsikkator erkalten gelassen und wiederum schnell gewogen.

Die auf diese Weise erhaltene Rohfaser enthält noch vielfach nicht unbeträchtliche Mengen (2—5 p. c.) Stickstoffsubstanz; dieselbe kann nach dem zweiten Filtriren durch Verbrennen nach Kjeldahl ermittelt werden.

Sehr stärkereiche Stoffe werden, vor Anwendung der Säure und des Alkalis zur Lösung der Stärke, mit Malzaufguss behandelt.

852. — *Bestimmung der Mineralstoffe.* — 1. Bestimmung der Gesammtmineralstoffe oder der *Asche.* — Etwa 5—10 gr. der Substanz werden in einer ausgeglühten und gewogenen Platinschale durch eine mässig starke Flamme verkohlt. Die noch vorhandene Kohle wird mit heissem Wasser ausgelaugt, das Ganze durch ein Filter von bekanntem Aschenge-

halt in ein kleines Becherglas filtrirt und mit möglichst wenig Wasser nachgewaschen. Das Filter mit dem Rückstande wird alsdann in der Platinschale getrocknet und vollständig verascht, bis keine Kohle mehr sichtbar ist. Darauf wird das Filtrat nach dem Erkalten der Schale hinzugegeben, auf dem Wasserbade unter Zusatz von Ammoniumkarbonat eingedampft, nochmals kurze Zeit schwach geglüht und nach dem Erkalten gewogen.

Vielfach ist bei der Analyse ausser der Bestimmung der Gesammtasche eine solche der *Reinasche* bezw. der in Salzsäure löslichen Aschenbestandtheile erforderlich.

Man erwärmt zu diesem Zwecke die gewogene Gesammtasche in der Platinschale 1 Stunde mit 10 procentiger Salzsäure im Wasserbade, filtrirt das Unlösliche ab, glüht und wägt dasselbe.

Nicht selten enthält der in 10 procentiger Salzsäure unlösliche Rückstand noch wesentlichte Mengen löslicher Kieselsäure. Man entfernt dieselbe aus dem Rückstande durch halbstündiges Auskochen desselben mit einer kalt gesättigten Lösung von Natriumkarbonat, der man etwas Natronlauge zusetzt, in einer geräumigen Platinschale. Die Menge der Gesammtasche abzüglich des so erhaltenen Rückstandes ergiebt die Menge der Reinasche.

Bestimmung der *Phosphorsäure*. — Nach Zerstörung der organischen Stoffe, nach der Molybdän-Methode.

Bestimmung des *Chlors*. — Für gewöhnlich, kann in der bei möglichst niedriger Temperatur ohne Zusatz hergestellten Asche vorgenommen werden, in der salpetersäuren Lösung, entweder gewichtsanalytisch (mit Silbernitratlösung) oder maassanalytisch.

853. — *Bestimmung des specifischen Gewichtes von Flüssigkeiten.* — Als vergleichstemperatur wählt man bei flüssigen Körpern meist 15° oder 17.5° C., bei festen Fetten auch 100° C.

Können dienen :

1. Das Pyknometer;

2. Die Mohr-Westphal'sche Waage oder auf gleicher Grundlage construirte Waagen ;

3. Aräometer, falls diese die Ablesung der 4. Decimale gestatten.

854. — *Prüfung der Nahrungsmittel auf Schimmel.* — In ein Kölbchen giebt man Wasser, verschliesst dasselbe mit sterilisirter watte, kocht das Wasser und lässt, nachdem man über den Baumwollepfropfen eine Papierhülse gestülpt hat, erkalten.

Man füllt so viel von substanz in das Kölbchen, dass die Masse gut durchfeuchtet ist. Darauf verschliesst man wieder und stellt in einem Raum von Bruttemperatur auf.

Bei stark verschimmelten Gegenständen zeigt sich schon innerhalb 24 Stunden ein weisser Ueberzug, bei mässig verschimmelten tritt dieser erst nach 3—4 Tagen hervor.

Beim Oeffnen des Kölbchens ergiebt sich häufig schon aus dem Geruch, welcher Art die Kultur ist.

Eine mikroskopische Untersuchung ergiebt ferner, ob man es mit Schimmel oder mit Bakterien zu thun hat.

Die verschimmelung eines Nahrungsmittels giebt sich in vielen Fällen auch durch einen höheren Gehalt an freien Fettsäuren kund (vergl. n° 849).

KONSERVIRUNGSMITTEL.

855. — *Bestimmung des Kochsalzes* (*Chlors*). — Entweder in der wässerigen Lösung oder in der Asche.

856. — *Nachweis und Bestimmung des Salpeters* (*der Salpetersäure*). — Qualitativ : in den filtrirten wässerigen Auszügen, die man etwas eingedampft hat, mit Diphenylamin. (Geringe Mengen können von dem zugesetzten Wasser herrühren.)

Quantitativ : vergl. Allgem. Unters.-Methoden, n° 847.

857. — *Nachweis und Bestimmung der Borsäure.* — *a*) Qualitativer Nachweis. — Die unter Zusatz von Soda dargestellte Asche wird in wenig Salzsäure gelöst und mit letzterer ein Streifen Kurkumapapier befeuchtet, den man auf einem Uhrglase bei 100° trocknet. Entsteht hierbei auf dem Kurkumapapier an der benetzten Stelle eine rothe Färbung, die durch Auftragen eines Tropfens Sodalösung in Blau übergeht, so ist Borsaüre nachgewiesen.

Der übrige Theil der alkalisch gemachten Aschenlösung wird eingedampft, der Rückstand mit Salzsäure schwach angesäuert, mit Methylalkohol versetzt, Wasserstoff durchgeleitet und letzterer angezündet; bei Gegenwart von Borsäure brennt er mit grün gesäumter Flamme.

b) Quantitative Bestimmung. — Wenn die Borsäure als Borfluorkalium bestimmt werden soll, so muss die Darstellung der Asche unter Zusatz von Kaliumkarbonat erfolgt sein.

In der Asche bestimmt man dann die Borsäure entweder als Borfluorkalium, oder durch Destillation mit Methylalkohol.

858. — *Bestimmung der schwefligen Säure.* — Man destillirt die schweflige Säure im Kohlensäurestrome unter Zusatz von Phosphorsäure ab, fängt sie in verdünnter Jodlösung auf, und bestimmt die durch Oxydation der schwefligen Säure entstandene Schwefelsäure gewichtsanalytisch als Baryumsulfat.

859. — *Nachweis des Fluors.* — Man erhitzt zum sieden je nach der Menge des Fluors 100 c c bis mehrere Liter Wein bezw. entkohlensäuertes Bier und mit Kalkwasser bis zur stark alkalischen Reaktion versetzt Der Niederschlag wird, nachdem die überstehende klare Flüssigkeit abgehebert ist, zum Kochen erhitzt und durch einen Leinwandlappen filtrirt. Alsdann wird der Niederschlag zwischen Filtrirpapier abgepresst, in einen Platintiegel gebracht, mit kleiner Flamme getrocknet, geglüht, nach dem Erkalten in dem Tiegel gepulvert, mit 3 Tropfen Wasser durchfeuchtet und mit 1 c.c.

koncentrirter Schwefelsäure versetzt. Sofort wird der behufs Erhitzens auf eine Asbestplatte gestellte Platintiegel mit einem Uhrglas bedeckt, das auf der Unterseite mit Wachs überzogen und beschrieben ist. In das Uhrglas wird ein Stückchen Eis gelegt.

860. — *Nachweis der Salicylsäure*. — Durch die Violettfärbung auf Zusatz von verdünnter Eisenchloridlösung (von 1.005—1.010 spec. Gew.)

861. — *Nachweis der Benzoësäure*. — In der neutralen wässerigen Lösung, durch Zusatz von einem Tropfen Natriumacetat und neutraler Eisenchloridlösung.

862. — *Nachweis des Formaldehyds*. — Von Flüssigkeiten unterwirft man 100 c.c. der Destillation und fängt 20—25 c.c. Destillat auf. Feste Körper werden zerkleinert und mit kaltem Wasser ausgezogen; von den vereinigten Auszügen destillirt man etwa 1/4 Raumtheil ab.

In dem Destillate wird der Formaldehyd nach folgenden Verfahren nachgewiesen :

a) 10 c.c. werden mit 2 Tropfen einer ammoniakalischen Silberlösung versetzt; nach mehrstündigem Stehen im Dunkeln entsteht bei Gegenwart von Formaldehyd eine schwarze Trübung.

b) 1 Tropfen wird mit 1 Tropfen Ammoniak auf einem Objektträger verdampft, wobei charakteristische Krystalle von Hexamethylentetramin hinterbleiben. Diese Verbindung giebt mit Quecksilberchorid, Phosphormolybdänsäure, Kaliumquecksilberjodid und zahlreichen anderen Substanzen charakteristisch krystallisirende Doppelverbindungen u. s. w., die man unter dem Mikroskop beobachtet.

c) Mit Peptonlösung und koncentrirter Schwefelsäure versetzt, zeigt das Formaldehyd enthaltende Destillat eine Blaufärbung.

d) Versetzt man das Destillat mit einer durch schweflige Säure entfärbten Fuchsinlösung, so färbt es sich bei Gegenwart von Formaldehyd roth.

FLEISCH UND FLEISCHWAAREN.

863. — Zu dieser Gruppe gehören die Organe des thierischen Körpers und die daraus bereiteten Produkte.

Vor Allem kommt als Nahrungsmittel das Muskelfleisch in Betracht, sowie das Gewebe der grossen Drüsen des Unterleibes : der Leber und der Niere, ferner das Blut, die Milz, die Thymusdrüse und das Gehirn.

Wir nennen alle diese Organe « Fleisch », während die Muskeln speciell als « Muskelfleisch » bezeichnet werden sollen.

864. — *Unterscheidung des Pferde- und Rindfleisches.* — Für diese sind folgende zwei Methoden angegeben worden.

a) Bestimmung des Glykogens, des Zuckers und der fettfreien Trockensubstanz, nach W. Niebel.

Wenn die Summe der auf Traubenzucker umgerechneten Glykogenmenge und des gefundenen Traubenzuckers 1 p. c. der fettfreien Trockensubstanz der Fleischwaare übersteigt, so ist der Nachweis des Pferdefleisches als erbracht anzusehen.

b) Bestimmung der Jodzahl des zwischen den Muskelfasern abgelagerten Fettes. — Aus 100—200 gr. von anhaftendem Fette möglichst befreitem feingehacktem Fleisch wird nach dem Trocknen mit Petroläther das Fett ausgezogen, und in dem nach dem Abdestilliren des Petroläthers zurückbleibenden Fett die Jodzahl bestimmt. A. Hasterlik fand in so dargestelltem Fett aus Pferdefleisch die Jodzahl 79.71—85.57, im Mittel 82.23; im Fett aus Rindfleisch 49.74—58.45, im Mittel 54.37.

865. — *Nachweis der Salicylsäure.* — Die Masse wird entweder mit 50 grädigem Alkohol extrahirt, die alkoholische Lösung mit etwas Kalkmilch zur Verjagung des Alkohols eingedampft, der wässerige Rückstand mit verdünnter Schwefel-

säure angesäuert und mit Aether ausgeschüttelt; oder wird mit verdünnter Sodalösung ausgekocht, die Auszüge mit Aether von Fett befreit, eingeengt, filtrirt, mit Schwefelsäure angesäuert und mit Chloroform ausgeschüttelt. S. n° 860.

866. — *Nachweis von Salpeter, Borax und Borsäure.* — Die Substanz (etwa 20 gr.) wird mit Aether oder Petroläther entfettet, darauf mit Wasser hinreichend lange gekocht. In der abfiltrirten Flüssigkeit erfolgt der Nachweis nach n°s 856 und 857.

867. — *Nachweis von schwefligsauren Salzen.* — Nach n° 858.

Ein Zusatz von schwefligsauren Salzen gilt als erwiesen, wenn die so gefundene schweflige Säuremenge mehr als 0,1 p. c. beträgt.

868. — *Nachweis von Formaldehyd.* — Vergl. n° 862.

869 — *Nachweis fremder Farbstoffe.* — Man extrahirt mit Aethyl- oder Amylalkohol : ist die Lösung deutlich roth gefärbt, so ist ein Farbstoff verwendet worden.

Die filtrirte Lösung versetzt man mit 10 c.c. einer 10 p. c. igen Kaliumbisulfatlösung und kocht längere Zeit einen Wollfaden darin; färbt sich dieser roth, so ist die Anwesenheit eines *Theerfarbstoffes* erwiesen.

Karmin kann durch Ammoniak entzogen und durch Alaunlösung gefällt werden.

WURSTWAAREN.

870. — Wurstwaaren sind konservirte Fleischwaaren, zu deren Bereitung gehacktes Fleisch unter Zuhilfenahme von Salz, Gewürzen und Wasser, unter Umständen auch Mehl und Eiern, verwendet werden.

Als weitere Zuthaten sind bei einzelnen Wurstarten, Zwiebel, Knoblauch, Schnittlauch, Citronenschalen, Muskatnuss und Trüffel, sowie Sardellen gebräuchlich.

Die Aufbewahrung dieser Konserven geschieht in gereinigtem Darm, Magen oder Blase vom Rind, Schwein, Schaf und Bock, oder in Pergamentpapier.

Nach den Hauptbestandtheilen der Würtste unterscheidet man Fleischwürste, Blutwürste, Leberwürste, Weisswürste, Leberkäse, Fleischpasteten.

Die Fleischwürste werden entweder geräuchert, gekocht oder gebraten, die übrigen Arten sämmtlich im gekochten Zustande und zwar entweder frisch, oder geräuchert, oder nachträglich gebraten genossen.

871. *Beurtheilung*. — 1. Zur Herstellung von Würsten soll nur frisches Fleisch, welches von gesunden Thieren stammt, verwendet werden. Zur Aufnahme der Wurstmasse dürfen nur gut gereinigte, geruchfreie Därme gesunder Thiere bezw. bleifreie Pergamentschläuche verwendet werden.

2. Der Wassergehalt soll bei Dauerwürsten 60 p. c., bei solchen welche für den augenblicklichen Konsum bestimmt sind 70 p. c. nicht übersteigen.

3. Fremde Farbstoffe bei der Wurstbereitung zu verwenden, ist unstatthaft.

4. Der Zusatz von Konservirungsmitteln, ausgenommen Kochsalz und eine geringe Menge Salpeter, zu Wurstwaaren (also Borax, Borsäure, Salicylsäure, schwefligsaure Salze, etc.) ist unstatthaft. Wünschenswerth ist die Feststellung einer Grenze für den zulässigen Salpetergehalt.

5. Für die Zulässigkeit eines Zusatzes von Stärkemehl (in irgend einer Form) ist die ortsübliche Bereitungsweise maasgebend. Wo ein solcher Zusatz ortsüblich ist, ist er in der Höhe von 2 p. c. zu dulden; er sollte aber zur Kentniss des Publikums gebracht werden.

6. Weiche und schmierige Würste mit grünlich oder gelblich gefärbten Fetttheilchen, ferner ranzig oder faulig rie-

chende Würste sin als verdächtig und als unzulässig für die menschliche Ernährung zu bezeichnen.

872. — *Nachweis von Pferdefleisch.* — Gilt im Allgemeinen das im Kapitel Fleisch (n° 864) Gesagte; doch ist mit noch grösseren Schwierigkeiten verbunden als beim reinen Fleisch, bei Gegenwart von Stärke etc., in der Wurst überhaupt, bis jetzt unmöglich.

873. — *Nachweis der Stärke.* — 1. Qualitativer Nachweis. — *a*) Durch Betupfen einer frischen Schnittfläche der Wurst oder durch Vermischen der wässerigen erkalteten Abkochung derselben mit Jodjodkaliumlösung.

Ein Mehl- bezw. Stärkezusatz ist erwiesen, wenn die Masse oder die Abkochung eine deutliche schwarzblaue oder blaue Färbung zeigt. Eine schwache Stärkereaktion kann auch durch die Gewürzstärke hervorgerufen sein.

b) Man zerreibt einen fettfreien Theil der Wurstmasse mit Wasser, betrachtet unter dem Mikroskop und befeuchtet mit Jodjodkaliumlösung.

Das mikroskopische Bild ermöglicht unter Umständen auch die Bestimmung der verwendeten Stärkeart oder Gattung.

2. Quantitative Bestimmung. — *a*) 20—40 gr. werden mit Alkohol digerirt, abfiltrirt, mit Alkohol etwas ausgewaschen und darauf im Extraktionsapparat mit Aether vom Fett befreit. Nach dem Verdunsten des Aethers rührt man die Masse mit Wasser an, und bringt die Stärke alsdann in Lösung (S. n° 850, II). Man füllt die Lösung auf ein bestimmtes Volumen (etwa 200 c.c.) auf und invertirt davon 100 c c. mit 10 c.c. Salzsäure im kochenden Wasserbade. Nach dem Erkalten und Neutralisiren versetzt man die Lösung mit einigen c.c. Bleiessig, fällt den Ueberschuss des zugesetzten Bleies, filtrirt und verfährt zur Bestimmung der gebildeten Dextrose nach n° 850.

Von der gefundenen Stärkemenge sind 0,5 p. c. für etwa vorhandene Gewürzstärke id Abzug zu bringen, deren Menge jedoch im Allgemeinen nur 0,1—0,2 p. c. beträgt.

b) Einfacher und nicht minder genau ist das Verfahren welches auf der Unlöslichkeit der Stärke in alkoholischer Kalilauge beruht.

10—20 gr. Wurst werden mit 50 c.c. 8 p c. iger alkoholischer Kalilauge übergossen und auf ein kochendes Wasserbad gesetzt. Nach kurzer Zeit ist die Wurstmasse aufgelöst; man verdünnt sodann mit heissem 50 p. c. igem Alkohol, lässt absitzen, filtrirt, wäscht noch zweimal mit heisser alkoholischer Kalilauge und schliesslich mit Alkohol nach, bis das Filtrat auf Zusatz von Säure vollkommen klar bleibt und nicht mehr alkalisch reagirt.

Nunmehr giebt man das Filter in das ursprüngliche Gefäss zurück und erwärmt mit etwa 60 c.c. wässeriger Normalkalilauge auf dem Wasserbade eine halbe Stunde lang unter öfterem Umschütteln. Nach dem Erkalten säuert man mit Essigsäure an und bringt das Volumen der Flüssigkeit auf 100 c.c., man filtrirt und fällt in einem aliquoten Theil der Lösung die Stärke mit Alkohol aus.

Der Niederschlag wird auf gewogenem Filter gesammelt, mit 50 p. c. igem Alkohol gewaschen, dann mit absolutem Alkohol, endlich mit Aether, und getrocknet bei 100°.

FLEISCHEXTRAKT UND FLEISCHPEPTON.

874. — Unter *Fleischextrakt* versteht man eingedickte Fleischbrühe; er enthält die in Wasser löslichen Bestandtheile des Fleisches und wird hergestellt, indem man frisches, mageres, von Fett und Sehnen thunlichst befreites und zerhacktes Fleisch entweder mit kaltem Wasser auszieht und die Lösung behufs Ausscheidung des Eiweisses auf 75—80° erwärmt, oder indem man das wie oben vorbereitete Fleisch direkt mit heissem Wasser auszieht, filtrirt und die Lösung im Vakuum bis zur Syrupdicke eindampft.

Fleischpepton dagegen ist löslich gemachtes ganzes Fleisch. Die Löslichmachung wird ertweder durch Fermente (Pepsin,

Pankreatin, Papayotin) oder wie meistens durch Wasser unter Druck für sich allein oder unter Zusatz von sehr verdünnten Säuren oder Alkalien (sog. Fleischlösungen) bewirkt. Die von ungelöst gebliebener Substanz befreiten, neutralisirten und eingedickten Lösungen stellen die sog. Fleischpeptone des Handels dar. Je nach der Herstellung unterscheidet man hiernach Pepsin-, Pankreas-, Papayotin-Peptone und Fleischlösungen.

Ausser dem Muskelfleisch werden auch andere thierische Eiweissstoffe (Kaseïn, Eiereiweiss, etc.) und neuerdings auch pflanzliche Eiweissstoffe (Weizenkleber) in Peptone übergeführt.

Fleischextrakte und Peptone kommen sowohl im flüssigen, wie im festen Zustande in den Handel.

875. — *Verfälschungen.* — Viele Extracten enthalten grosse Mengen von Wasser und Leim.

Ferner ist der Kochsalzgehalt bisweilen sehr hoch.

Auch wird ab und zu gemahlenes Fleisch hinzugesetzt.

876. — *Beurtheilung.* — I. An *Fleischextrakte* (feste) stellte von Liebig folgende Anforderungen :

1. Sie sollen kein Albumin und Fett (letzteres = Aetherextrakt nur bis 1.5 p. c.) enthalten.

2. Der Wassergehalt darf 21 p. c. nicht übersteigen.

3. In Alkohol von 80 Volumprocent sollen ca. 60 p. c. löslich sein.

4. Der Stickstoffgehalt soll 8.5—9.5 p. c. betragen.

5. Der Aschengehalt soll zwischen 15 und 25 p. c. liegen und neben geringen Mengen Kochsalz vorwiegend aus Phosphaten bestehen.

Nach neueren Untersuchungen — auch für flüssige Extrakte — dürften jetzt folgende Anforderungen wünschenswerth sein :

1. Die Fleischextrakte dürfen keine oder nur Spuren unlöslicher (Fleischmehl, etc.) oder koagulirbarer Eiweissstoffe (Albumin) oder Fett enthalten.

2. Von dem Gesammtstickstoff dürfen nur mässige Mengen in Form von durch Zinksulfat ausfällbaren löslichen Eiweissstoffen vorhanden sein.

3. Fleischextrakte dürfen nur geringe Mengen Ammoniak enthalten.

4. Fleischextrakte welche in der Asche einen über 15 p. c. Chlor entsprechenden Kochsalzgehalt haben, sind als mit Kochsalz versetzt zu bezeichnen.

II. An *Fleischpeptone* sind folgende Anforderungen zu stellen :

1. Sie dürfen keine oder nur Spuren von unlöslichen und koagulirbaren Eiweissstoffen oder Fett enthalten.

2. Der Stickstoff derselben soll möglichst volkommen durch Phosphorwolframsäure fällbar sein, d. h. es sollen möglichst geringe Mengen von stickstoffhaltigen Fleisch-Zersetzungsprodukten vorhanden sein, wobei für den Gehalt an Ammoniak dasselbe gilt wie bei den Fleischextrakten.

877. — *Vorbereitung zur Untersuchung.* — Für die Analyse empfiehlt es sich, von festen und syrupösen Präparaten 10—20 gr., von flüssigen entsprechend mehr (25—50 gr.) in kaltem Wasser zu lösen, darauf zu filtriren und das Filtrat auf 500 c.c. aufzufüllen. Von diesem klaren Filtrate dienen entsprechende aliquote Theile zur Bestimmung der einzelnen Bestandtheile.

Nur für die Bestimmung des Gesammt-Stickstoffes, sowie der Mineralstoffe, verwendet man auch vielfach die unveränderte Substanz ; ebenso muss man die letztere verwenden zur Bestimmung des Wassers und Stickstoffs, falls ein Theil der Substanz in kaltem Wasser unlöslich ist.

878. — *Bestimmung des Wassers.* — Man trocknet einen Theil der obigen Lösung oder so viel von der ursprünglichen Substanz als 1—2 gr. Trockensubstanz entspricht, und verfährt im Uebrigen nach die allgem. Unters.-Methoden (n° 846).

879. — *Bestimmung des Gesammtstickstoffes und der einzelnen Verbindungsformen desselben.* — a) *Gesammtstickstoff.* — Nach n° 847, 1.

b) *Stickstoff* in Form *von Fleischmehl* oder *unveränderten Eiweissstoffen* und *koagulirbarem Eiweiss* (Albumin). — Enthalten die Fleischpräparate in kaltem Wasser unlösliche Substanzen, so löst man mit kaltem Wasser, filtrirt, wäscht mit kaltem Wasser hinreichend nach und verbrennt das Filter mit Inhalt nach Kjeldahl.

Das Filtrat oder die wässerige Lösung wird mit Essigsäure schwach angesäuert und gekocht. Scheidet sich hierbei koagulirbares Eiweiss ab, so wird dasselbe ebenfalls abfiltrirt, mit heissem Wasser gewaschen und nach Kjeldahl verbrannt.

c) *Albumosen-Stickstoff.* — 50 c.c. der Lösung werden mit Schwefelsäure schwach angesäuert und darauf mit fein gepulvertem Zinksulfat in der Kälte gesättigt. Die Albumosen werden abfiltrirt, mit kaltgesättigter Zinksulfatlösung hinreichend nachgewaschen und nach Kjeldahl verbrannt.

Sind nennenswerthe Mengen Ammoniak in den Präparaten, so werden weitere 50 c.c. der Lösung in derselben Weise mit Zinksulfat gefällt, in dem Niederschlage nach *e*) der Ammoniak-Stickstoff bestimmt und letzterer von dem Gesammt-Stickstoff des Zinksulfat-Niederschlages abgezogen.

d) *Pepton- und Fleischbasen- Stickstoff.* — Enthalten die zu untersuchenden Fleischpräparate neben Peptonen auch noch Fleischbasen, so ist eine Trennung derselben bis jetzt unmöglich; wenn dagegen durch qualitative Reaktionen die Abwesenheit von Pepton nachgewiesen ist, oder die Peptone frei von Fleischbasen und anderen Alkaloïden sind, so geschieht die Fällung und Bestimmung der Peptone oder Fleischbasen am Besten durch Phosphorwolfram- oder Phosphormolybdänsäure.

Qualitativer Nachweis von Pepton : Man verwendet hierzu das Filtrat der Zinksulfatfällung oder sättigt einen neuen Antheil der wässerigen Lösung mit Zinksulfat. Darauf wird filtrirt, das Filtrat mit Natronlauge vermischt, bis das sich ausscheidende Zinkhydroxyd sich wieder gelöst hat, und zu

der Lösung einige Tropfen einer 1 p. c. igen Lösung von Kupfersulfat hinzugefügt. Eine rothviolette Färbung zeigt Pepton an.

Qualitativer Nachweis von Fleischbasen neben Pepton : Man versetzt einen Antheil der wässerigen Lösung mit Ammoniak bis zur alkalischen Reaktion, filtrirt und fügt eine Lösung von salpetersaurem Silber hinzu. Der entstehende Niederschlag enthält die Silberverbindung der Xanthinbasen.

Quantitativer Fällung der Peptone, sowie der Fleischbasen: Das Filtrat der Zinksulfatfällung wird stark mit Schwefelsäure angesäuert und mit der üblichen Lösung des phosphorwolframsauren Natriums, zu der man auf 3 Raumtheile 1 Raumtheil verdünnte Schwefelsäure (1 : 3) hinzusetzt, so lange versetzt, als noch ein Niederschlag entsteht; der Niederschlag wird filtrirt, mit verdünnter Schwefelsäure (1 : 3) ausgewaschen, und darin der Stickstoffgehalt nach Kjeldahl ermittelt.

Da durch Phosphorwolframsäure auch der Ammoniakstickstoff gefällt wird, so empfehlenswerth ist es, in einer zweiten Phosphorwolframsäure - Fällung den Ammoniakstickstoff nach *e*) zu bestimmen und in Abzug zu bringen.

e) *Ammoniak-Stickstoff.* — 100 c.c. der Fleischextrakt-Lösung werden mit etwa 100 c.c. Wasser verdünnt und aus dieser Lösung das Ammoniak durch Magnesia oder Baryumkarbonat abdestillirt.

f) Aus der Differenz zwischen dem Gesammt-Stickstoff und der Summe der unter *b*) bis *e*) bestimmten Stickstoffmengen ergiebt sich der Gehalt des Präparates an « *sonstigen Stickstoffverbindungen* ».

g) *Leimstickstoff.* — Enthält das zu untersuchende Präparat Leim, so findet man denselben nach den vorstehenden Methoden als Albumosen.

Eine Trennung des Leimes von den Albumosen, oder des Leimpeptons von den Eiweisspeptonen ist mit einiger Genauigkeit nicht möglich.

880. *Bestimmung des Fettes.* — Enthalten die Fleischextrakte Fett, so bestimmt man dasselbe durch Extrahiren des

nach n° 879 *b*) erhaltenen, getrockneten Niederschlages mit Aether.

881. — *Bestimmung von Zucker und Dextrin in den Suppenwürzen.* — In der wässerigen Lösung, nach n° 850 *b*) (allgem. Unters.-Methoden.)

882. — *Bestimmung der Mineralstoffe.* — Nach n° 852.

883. — *Bestimmung des Alkoholextraktes.* — 2 gr. Extrakt werden in 90 c.c. Wasser gelöst und mit 50 c.c. Weingeist von 93 Volumprocent versetzt. Der sich bildende Niederschlag setzt sich fest ans Glas an und kann der klare Weingeist abgegossen werden. Der Niederschlag wird mit 50 c.c. Weingeist von 80 Volumprocent mindestens dreimal ausgewaschen, der Weingeist zu dem ersten Auszuge gegeben, die gesammte Lösung bei etwa 70° abgedampft und der Rückstand 35—40 Stunden lang bis zur Gewichtskonstanz bei 100° getrocknet.

MILCH UND MOLKEREIERZEUGNISSE.

MILCH (VOLLMICH, GANZE MILCH).

884. — Unter Milch versteht man die in den Brustdrüsen der weiblichen Haussäugethiere nach einem Geburtsakte längere Zeit zur Ausscheidung kommende, durch regelmässiges, ununterbrochenes und vollständiges Ausmelken gewonnene Flüssigkeit.

Die ausgedehnteste Verwendung findet in den Kulturländern die Kuhmilch, weshalb hier unter dem Wort « Milch » schlechthin nur Kuhmilch verstanden wird.

885. — Die hauptsächlichsten *Verfälschungen* der Milch sind :

1. Der Zusatz von Wasser;

2. Mehr oder minder starker Fettentzug, bezw. Vermischen der Milch mit entrahmter Milch;

3. Die gleichzeitige Anwendung beider vorstehender Verfälschungsarten;

4. Der Zusatz von Konservirungsmitteln, wie Natriumbikarbonat, Borsäure, Salicylsäure, Benzoësäure, Formaldehyd.

886. — *Beurtheilung.* — Man darf bei den für Deutschland geltenden Verhältnissen für Marktmilch und für weitaus die Mehrzahl der Fälle annehmen, es schwanke bei unverfälschter Milch :

Das specifische Gewicht bei 15°. . von	1.029 —	1.033	
Der Gehalt an Fett.	2,50 —	4.50	p.c.
— Trockensubstanz . .	10.50 —	14.20	—
— fettfreier Trockensubstanz	8.00 —	10.00	—

und es sinke der Gehalt der Trockensubstanz an Fett nicht unter 20 p. c. bezw. es erhebe sich das spec. Gewicht der Trockensubstanz nicht über 1.4.

Bei täglich dreimaligem Melken kann der Fettgehalt der Morgen milch aus den angegebenen Grenzen nach unten sehr wohl heraustreten, ohne dass Fälschung vorliegt.

Im allgemeinen ist eine Milch, falls es sich nicht um die Milch einer einzelnen Kuh handelt, als gewässert zu bezeichnen, wenn das spec. Gewicht der Milch unter 1.028, das des Serums unter 1.026 und der Gehalt an fettfreier Trockensubstanz unter 8 p. c. erheblich herabsinkt. Fällt hierbei der Fettgehalt der Milchtrockensubstanz nicht unter 20 p. c., bezw. steigt das spec. Gewicht derselben nicht über 1.4, so ist nur eine Wässerung anzunehmen.

Eine Milch ist, falls es sich nicht um die Milch einer einzelnen Kuh handelt, als entrahmt oder als mit entrahmter Milch vermischt zu bezeichnen, wenn, bei erhöhtem spec. Gewicht der Milch und normalem spec. Gewichte des Serums oder normalem Gehalt an fettfreier Trockensubstanz, der procentische Fettgehalt der Milchtrockensubstanz unter 20 p. c.

erheblich sinkt, bezw. ihr spec. Gewicht über 1.4 erheblich steigt.

Wässerung und Entrahmung gleichzeitig liegen vor, wenn, bei unter Umständen normalem spec. Gewicht der Milch, das des Serums erheblich unter 1.026 sinkt und bei erniedrigtem Gehalt an sämmtlichen Milchbestandtheilen der Fettgehalt der Milchtrockensubstanz erheblich unter 20 p. c. sinkt bezw. deren spec. Gewicht erheblich über 1.4 steigt.

Entfernen sich daher die gefundenen Zahlen nur wenig von den oben angeführten, oder handelt es sich um die Milch einer einzelnen Kuh, oder soll der Grad der Verfälschung annähernd festgestellt werden, so ist unbedingt erforderlich die Stallprobe.

Wird die Stallprobe genommen, so werden sich die Ergebnisse der beiden Analysen, falls eine Fälschung nicht vorliegt, gewöhnlich für das spec. Gewicht der Mischmilch um nicht mehr als 2 Einheiten der dritten Decimale, für den Gehalt an Fett um nicht mehr als 0.3 p. c. und den an Trockensubstanz um nicht mehr als 1 p. c. unterscheiden. Grössere Unterschiede sind nur ausnahmweise bei der Milch einzelner Kühe beobachtet worden.

Der Grad der Fälschung lässt sich nur annähernd nach der Stallprobe berechnen, und zwar dienen hierzu die Formeln von Herz.

887. — *Bestimmung des specifischen Gewichtes.* — Einige Stunden nach dem Melken, auf 15°, nach einer der unter n° 853 für Flüssigkeiten angegebenen Methoden.

888. — *Bestimmung des Fettes.* — *a*) Nach der verbesserten Methode von Adams. — 10—12 gr. Milch werden auf einen fettfreien Filtrirpapierstreifen aufgespritzt. Nachdem der Streifen lufttrocken geworden, rollt man ihn leicht zusammen, umwickelt ihn mit einem feinen Platindraht, trocknet vorsichtig bei 100° und extrahirt ihn mit Aether;

b) Durch Extraktion der mit Sand und Gyps, oder ausge-

glühtem Bimssteinpulver, oder Asbest, etc. eingetrockneten Milch.

c) Nach der aräometrischen Methode von Soxhlet.

Die Centrifugalmethoden können bei der Milchkontrole gleichfalls angewendet werden; sie sollen jedoch in gerichtlichen Fällen oder bei Beanstandungen verfälschter Milch im Allgemeinen nicht angewendet oder doch durch eine der vorgenannten Methoden ergänzt werden.

889. — *Bestimmung der Trockensubstanz.* — Nach einem der drei folgenden Verfahren :

a) Sie kann mit der Fettbestimmung nach dem Adamschen Verfahren verbunden werden ;

b) 10—12 gr. Milch werden mit geeigneten Aufsaugungsmitteln zur Trockne verdampft und bei ca. 105° oder im Vakuumapparat bis zum konstanten Gewichte getrocknet;

c) Man kann sich der flachen Soxhlet'schen Nickelschalen und des Soxhlet' schen Trockenapparates mit Glycerinfüllung bedienen. Es empfiehlt sich hierbei nur 5 — 10 gr. Milch zu verwenden;

d) Die Trockensubstanz der Milch kann auch aus dem spec. Gewichte und Fettgehalt derselben nach der Fleischmannschen Formel berechnet werden.

890. — *Berechnung des spec. Gewichtes der Trockensubstanz.* — Aus dem spec. Gewichte und dem Trockensubstanzgehalte der Milch.

891. — *Bestimmung der Mineralstoffe.* — 10—20 gr. Milch werden in einer gewogenen Platinschale auf dem Wasserbade zur Trockne verdampft, darauf nach n° 852 (allgemeine Untersuchungsmethoden) verascht.

Die Asche reiner Milch besitzt eine bleibende schwach alkalische Reaktion.

892. — *Bestimmung der Gesammteiweissstoffe.* — *a*) Gesammtstickstoff. — 15—20 gr. Milch werden nach Kjeldahl

verbrannt. Gefundener Stickstoff × 6.37 ergiebt die Menge an Kaseïn bezw. an Stickstoffsubstanz.

b) Gesammteiweissstoffe nach Ritthausen. — 25 gr. Milch werden mit 400 c.c. Wasser verdünnt, mit 10 c.c. Fehling'scher Kupfersulfatlösung und weiter mit 6.5—7.5 c.c. einer Kali — oder Natronlauge versetzt, welche 14.2 gr. KOH oder 10.2 gr. NaOH im Liter enthält. Die Flüssigkeit muss nach dem Absetzen des Niederschlages noch ganz schwach sauer oder neutral reagiren. Die klargewordene Flüssigkeit wird filtrirt, der Niederschlag mit Wasser dekantirt, dann aufs Filter gebracht, mit Wasser ausgewaschen und sammt dem Filter nach Kjeldahl verbrannt. Von dem gefundenen Stickstoff wird der des Filters abgezogen, und die Stickstoffsubstanz wie oben durch Multiplikation mit 6.37 berechnet.

893. — *Bestimmung des Milchzuckers.* — In der gleichen Weise wie bei der Eiweissbestimmung nach Ritthausen.

Man füllt jedoch die Flüssigkeit sammt dem Eiweissniederschlage auf 500 c.c. auf, filtrirt, setzt 100 c.c. der Lösung zu 50 c.c. kochender Fehling'scher Lösung, erhält die Flüssigkeit 6 Minuten im Sieden und verfährt weiter wie gewöhnlich.

Die polarimetrische Bestimmung des Milchzuckers ist unsicher.

894. — *Bestimmung des Säuregrades.* — 50 c.c. Milch werden unter Zusatz von 2 c.c. 2 p. c. iger Phenolphtaleïnlösung mit 1/4 Normal-Natronlauge titrirt.

Unter einem Aciditäts- oder Säuregrade versteht man die Anzahl c.c. 1/4 Normal-Natronlauge, welche zur Neutralisation von 100 c.c. Milch erforderlich ist.

895. — *Nachweis von Salpetersäure.* — Nach der Methode von Möslinger.

Die natürliche milch enthält keine Salpetersäure.

896. — *Nachweis von Konservirungsmitteln.* — a) *Einfach-* und *doppeltkohlensaures Natron.* — Man verdünnt 50 c.c. Milch mit der fünffachen Wassermenge, erhitzt, mit wenig Alkohol zum Gerinnen bringt und filtrirt. Das auf die Hälfte eingeengte Filtrat lässt an der alkalischen Reaktion die Gegenwart von Alkalikarbonat erkennen. Im Allgemeinen kann man die alkalische Reaktion ebenso gut an der milch selbst erkennen.

Besser gelingt der Nachweis von kohlensaurem Natron durch Bestimmung des Kohlensäuregehaltes der Milchasche.

b) *Salicylsäure.* — 100 c.c. der Milch und 100 c.c. Wasser von 60° werden mit 8 Tropfen Essigsäure und 8 Tropfen salpetersaurem Quecksilberoxyd gefällt, geschüttelt und filtrirt. Das Filtrat wird mit 50 c.c. Aether ausgeschüttelt, der Aether verdunstet und im Rückstand nach n° 860 auf Salicylsäure geprüft.

c) *Benzoësäure.* — 250—500 c.c. Milch werden mit einigen Tropfen Kalk- oder Barytwasser alkalisch gemacht, auf ein Viertel eingedunstet, und unter Zusatz von etwas Gypspulver zur Trockne verdampft; die trockne feingepulverte Masse wird mit etwas verdünnter Schwefelsäure befeuchtet und drei bis viermal mit 50 p. c. igem Alkohol kalt ausgeschüttelt. Die vereinigten sauren alkoholischen Auszüge werden mit Barytwasser neutralisirt und auf ein kleines Volumen eingeengt. Dieser Rückstand wird abermals mit verdünnter Schwefelsaure angesäuert und mit kleinen Mengen Aether ausgeschüttelt. Der Aether hinterlässt beim freiwilligen Verdunsten fast reine Benzoësäure, die nach n° 861 erkannt wird.

d) *Borsäure.* — 100 c.c. mit Kalkmilch alkalisch gemachte Milch werden eingedampft und verascht. Die Asche wird nach n° 857 auf Borsäure geprüft.

e) *Formaldehyd.* — Von 100 c.c. Milch destillirt man 20 c.c. ab und das Destillat wird nach n° 862 weiter behandelt.

RAHM, MAGERMILCH, BUTTERMILCH, MOLKEN.

897. — Ein Fettgehalt von 10 p.c. dürfte als das Minimum für *Rahm* anzusehen sein. Wie die Milch, so darf auch der Rahm beim Verkaufe als süsser Rahm noch nicht so stark gesäuert sein, dass er beim Aufkochen gerinnt.

898. — Die *Magermilch* enthält bei den gegenwärtig üblichen Entrahmungsverfahren nicht über 0.5 p.c., manchmal nur 0.1 p.c. Fett. Auch die Magermilch des Handels darf noch nicht soweit gesäuert sein, dass sie das Aufkochen nicht mehr verträgt, ohne zu gerinnen. Verfälscht wird sie zuweilen durch Zusatz von Wasser.

Das spec. Gewicht beträgt bei 15° C. im Mittel 1.0345 und Schwankt gewöhnlich zwischen 1.032 und 1.0365; die Trockensubstanz stellt sich im Mittel auf 9.40 p. c. und schwankt für die meisten Fälle zwischen 8.50 und 10.50 p. c.

899. — Die *Buttermilch* is das Nebenprodukt der Butterbereitung. Ungewässerte, bei regelrechtem Buttern gewonnene Buttermilch hat ein specifisches Gewicht das bei 15° zwischen 1.032 und 1.035, und einen Fettgehalt der meistens zwischen 0.3 und 0.8 p. c. liegt.

900. — Die *Molken* is das Nebenprodukt der Käserei. Im Mittel haben die Molken, deren spec. Gewicht bei 15° zwischen 1.027 und 1.029 liegt, die folgende chemische Zusammensetzung:

Wasser	93.31	p. c.
Fett	0.10	»
Eiweissartige Stoffe . . .	0.27	»
Milchzucker und Milchsäure.	5.85	»
Mineralbestandtheile . . .	0.47	»

KASE.

901.— Unter Käse versteht man die in eine bestimmte Form gebrachte Masse des Kaseïns (Parakaseïn oder eigentliches Kaseïn) oder auch des Albumins der Milch nach Abscheidung dieser Bestandtheile aus letzterer. Die Masse kann, wie das meist der Fall ist, aus Kaseïn bestehen und die Abscheidung erfolgt dann entweder durch Zuzatz von Lab oder durch eine absichtlich herbeigeführte Säuerung der Milch; man unterscheidet dann Labkäse und Sauermilchkäse. Die Käsemasse kann aber auch aus dem Albumin der Milch bestehen; die Ausscheidung erfolgt dann durch Kochen der von dem Kaseïn befreiten Milch (der Molke) nach vorherigem Zusatz von sauerer Molke.

Je nach dem Grad der Entrahmung, den die zur Käserei verwendete Milch erfahren hat, nennt man die Käse : fette, ganz fette oder Vollmilchkäse, wenn die Milch unentrahmt verwendet wurde ; halbfett, wenn die Milch aus gleichen Theilen Vollmilch und Magermilch besteht ; mager (Magerkäse), wenn sie aus entrahmter Milch hergestellt sind. Endlich dienen auch Rahm oder Gemische von Rahm und Vollmilch zur Herstellung der sogenannten Rahmkäse.

902. — *Verfälschungen und Verunreinigungen.* — Verfälschungen : Unterschiebung von Margarinekäse gegenüber Naturkäse; Verkauf von mageren oder halbfetten Käsen für Fettkäse; Stärkemehlhaltige Zusätze; mineralische Zusätze (Gyps, Kreide, etc.)

Als zufällige Beimengungen sind zu betrachten : Geringen Mengen von Blei, Kupfer und Eisen, herrührend aus den Herstellungsgefässen oder der Verpackung, und ferner das sogenannte « Käsegift ».

903. — *Beurtheilung.* — 1. Für den Nachweis von fremden Fetten (Margarinekäse) gelten die für die Beurtheilung des Butterfettes maassgebenden Verhältnisse.

2. Für die Erkennung, ob Vollmilch oder Magermilch bezw. Gemische beider zur Herstellung des Käses gedient haben, ist das Verhältniss von Stickstoffsubstanz zum Fett maassgebend : im Vollmilchkäse (Fettkäse) ist stets der Fettgehalt höher als der Gehalt an Stickstoffsubstanz.

3. Als verfälscht sind Käse anzusehen, welche Zusätze von stärkemehlhaltigen Stoffen (Kartoffelbrei und dergl) erhalten haben, ohne dass dies deutlich bezeichnet ist. An anorganischen Zusätzen darf der Käse nur Kochsalz erhalten.

4. Die mit Krankheiten (Fehlern) behafteten Käse, wie blauer, rother, missfarbener, und bitterer Käse sind als minderwerthig zu bezeichnen.

5. Zur Beurtheilung des Grades der Reife ist zu beachten, dass die verschiedenen genussfähigen Käsesorten und die einzelnen Kase in verschiedenem genussfähigem Reifezustande 5—20 p. c. löslichen Amidstickstoff in Procenten des Gesammtstickstoffs zu enthalten pflegen, ohne dass diesen Zahlen der Werth allgemein gültiger Grenzzahlen beigelegt werden kann.

904. — *Bestimmung des Wassers.* — Die Wasserbestimmung verbindet man am bestem mit der Fettbestimmung.

Man wiegt 2,5—5 gr. ab, erwärmt auf 40° und bringt unter die Luftpumpe, bis keine merkliche Gewichtsabnahme mehr eintritt. Darauf digerirt man mehrere Male mit kaltem Aether, die ätherische Lösung jedes Mal giessend, zerdrückt die Masse und wäscht sie wiederum mit Aether aus, bringt sie auf das Filter und extrahirt noch mehrere Male mit Aether. Zuletzt bringt man das Filter sammt Käse in einen Extraktionsapparat und extrahirt noch längere Zeit.

Der Rückstand wird sodann bei 100 bis 105° getrocknet, bis konstantes Gewicht eintritt.

Die ätherischen Lösungen werden gesammelt, der Aether zur Verdunstung gebracht, das zurückbleibende Fett bei 100—105° getrocknet.

Die Differenz des Gewichtes der ursprünglichen Käsemasse und der entfetteten Trockensubstanz ergiebt die Menge des

Wassers plus Menge des Fettes; die Menge des Fettes hiervon abgezogen, die Menge des Wassers.

Die Zahlen für Wasser sowohl wie für Fett geben nicht allein diese an, sondern schliessen einige andere Körper mit ein. So verflüchtigen sich bei der Erwärmung des Käses eine Reihe flüchtiger Stoffe mit (freies Ammoniak und andere in geringer Menge vorhandene Zersetzungsprodukte), und durch den Aether werden ausser Fett ebenfalls einige andere in Aether lösliche Stoffe, wie Milchsäure, etc., gelöst. Bei sauren Käsen befeuchtet man für die Fettbestimmung die Käseprobe mit Sodalösung, bis sie neutral oder ganz schwach alkalisch ist.

905. — *Bestimmung des Fettes.* — *a*) Nach n° 904.

b) Man bringt 10 gr. Käsemasse in einen Mörser, auf dessen Boden sich eine entsprechende Menge geglühter Sand befindet, stellt den Mörser einige Stunden in den Trockenschrank, zerreibt darauf die Masse mit Sand, füllt in die übliche Papierhülse, spült die Schale mit Aether aus und extrahirt im Fettextraktionsapparat. Nach 2—3 stündiger Extraktion wird der Inhalt der Papierhülse nochmals fein zerrieben und abermals etwa 2 Stunden extrahirt. Nach dem Abdestilliren des Aethers wird der Rückstand wie üblich getrocknet.

c) Soll eine Fettbestimmung allein und zur raschen Orientirung vorgenommen werden, so kann man sich des Gerber'schen Acid-Butyrometers bedienen.

906. — *Bestimmung des Gesammtstickstoffs.* — Nach Kjeldahl in 1—2 gr. Käsemasse.

907. — *Untersuchung des Käsefettes auf Reinheit.* — Etwa 300—500 gr. Käse werden in kleine Stücke zerschnitten, auch möglicherweise im Mörser etwas zerdrückt und sodann in eine grosse weithalsige Flasche gegeben, mit 700 bezw. 1200 c.c. verdünnter Kalilauge (50 gr. KOH in 1 Liter)

versetzt und das Ganze sodann geschüttelt. Der Käse löst sich auf und das Fett buttert. Das erhaltene Fett wird mit Wasser durchgeknetet und das Aetzkali völlig ausgewaschen. Darauf wird das Fett ausgeschmolzen und zur Untersuchung verwendet, bei der bei Butter angegebenen Methoden.

SPEISEFETTE UND OELE.

ALLGEMEINER THEIL.

908. — Für sämmtliche im Nachfolgenden beschriebenen Methoden der Untersuchung verwendet man das gereinigte, wasserfreie, klare Fett. Feste Fette werden vorher bei möglichst niedriger Temperatur geschmolzen und ebenso wie die flüssigen Fette durch Filtrirpapier filtrirt.

909. — *Bestimmung des specifischen Gewichtes.* — Bei flüssigen Fetten geschieht die bestimmung des spec.Gewichtes bei 15° mittelst des Pyknometers.

Bei festen Fetten bestimmt man meist das spec. Gewicht bei 100°.

910. — *Bestimmung des Schmelz und Erstarrungspunktes.* — Zur Bestimmung des Schmelzpunktés wird das Fett in eine Kapillare von **U**-Form aufgesaugt. Die Kapillare wird 24 Stunden auf Eis liegen gelassen, dann ist mit einem geeigneten Thermometer zu verbinden, welches in ein Reagensglas, in welchem sich die zur Erwärmung dienende Flüssigkeit (Glycerin) befindet, zu bringen ist. Der Moment, in welchem das Fettsäulchen vollkommen klar und durchsichtig geworden, ist als Schmelzpunkt festzuhalten.

Zur Ermittelung des Erstarrungspunktes kann man eine 2—3 c.c. hohe Schicht des geschmolzenen Fettes in ein dünnes Reagensgläschen bringen und in dasselbe mittels eines Korkes ein Thermometer so einhängen, dass die Kugel

desselben ganz von dem flüssigen Fett bedeckt ist. Man hängt alsdann das Reagensröhrchen in ein mit 40—50° warmem Wasser gefülltes Becherglas und lässt erkalten. Die Quecksilbersäule sinkt nach und nach, und bleibt bei einer bestimmten Temperatur eine Zeitlang stehen, um dann weiter zu sinken. Das Fett erstarrt während des Konstantbleibens; die dabei herrschende Temperatur ist der Erstarrungspunkt.

911 — *Bestimmung des Brechungsindex.* — Von den hierzu benutzten Apparaten (Refraktometer nach Abbe, Oleorefraktometer von Amagat und Jean, Butterrefraktometer von C. Zeiss) verdient der zuletzt genannte wegen seiner einfachen Handhabung und grösseren Genauigkeit den Vorzug.

Als Vergleichstemperatur wählt man zweckmässig bei Oelen 25° und bei festen Fetten Temperaturen über dem Schmelzpunkt, also etwa 40°.

912. — *Bestimmung der flüchtigen Fettsäuren und der Verseifungszahl.* — Die Methoden von Koettstorffer und Reichert-Meissl zur Bestimmung der Verseifungszahl und der flüchtigen Fettsäuren können zweckmässig mit einander vereinigt werden.

Erforderliche Lösungen. — 1. Alkoholische Kalilauge : 20 Theile möglichst blanke Stangen von Aetzkali (Alkoh. dep.) werden in ca. 60 Theilen Alkohol absol. durch anhaltendes Schütteln in verschlossener Flasche gelöst.

Man lässt dann absitzen und giesst die klare obere Lösung durch Glaswolle oder Asbest ab. Nachdem deren Gehalt bestimmt ist, wird sie mit wasser und Alkohol auf eine Stärke von ca. 1.3 gr. Kaliumhydroxyd in 10 c.c. und einen alkoholgehalt von ungefähr 70 Volumprocent verdünnt.

2. Alkoholische Normal-Schewefelsäure : Verdünnte Schwefelsäure wird mit wasser und Alkohol vermischt, so dass eine Normal-Schwefelsäure in 70 volumprocentigem Alkohol erhalten wird.

3. Verdünnte Schwefelsäure (1 Vol. Säure + 10 Vol. Wasser).

4. Phenolphtaleïn in 1 p. c. iger alkoholischer Lösung als Indikator.

5. 1/10-Normalnatronlauge mit Phenolphtaleïn gegen Säure eingestellt.

Beschreibung des Verfahrens. — Genau 5 gr. des Fettes werden in einen Kolben von ca. 300 c.c. Inhalt gewogen, dann 10 c.c. der Lösung 1 (alkoholische Kalilauge) hinzugemessen. Der Kolben wird mit einem 1 m. langen Kühlrohr versehen, welches oben durch ein Bunsen'sche Ventil abgeschlossen ist, und auf das siedende Wasserbad gebracht.

Sobald der Alkohol in das Kühlrohr destillirt, schwenkt man den Kolben, bis eine homogene Lösung entstanden ist. Dann setzt man den Kolben noch mindestens 5, höchstens 10 Minuten lang auf das Wasserbad, schwenkt während dieser Zeit noch einigemale gelinde um und hebt dann vom Wasserbade. Nachdem der Kolbeninhalt soweit erkaltet ist, dass kein Alkohol mehr aus dem Kühlrohr zurücktropft, lässt man durch das Bunsenventil Luft eintreten, nimmt das Kühlrhor ab und titrirt sofort nach Zusatz von 3 Tropfen Phenolphtaleïn mit Lösung 2 (alkoholische Normal-Schwfelsäure) bis zur rothgelben Farbe. Dann setzt man noch 0.5 c.c. Phenolphtaleïnlösung zu und titrirt mit einigen Tropfen der Lösung 2 scharf bis zur rein gelben Farbe. Die verbrauchten c.c. Schwefelsäure werden abgezogen von der in einem blinden Versuche für 10 c.c. Lauge ermittelten Säuremenge, und die Differenz durch Multiplikation mit (0.2 × 56) = 11.2 auf die Verseifungszahl umgerechnet.

Zu dem Kolbeninhalte werden dann ca. 10 Tropfen der Lösung 1 hinzugegeben und der Alkohol im Wasserbade zuerst unter Schütteln des Kolbens, schliesslich durch Einblasen von Luft in möglichst kurzer Zeit vollständig verjagt. Die trockene Seife wird in 100 c.c. kohlensäurefreiem Wasser unter Erwärmen gelöst, dann auf etwa 50° abgekühlt; nach Zusatz von einigen Bimssteinstückchen werden sodann 40 c.c. der Lösung 3 (verdünnte schwefelsäure) hinzugegeben. Der Kolben wird nun sofort mittels eines schwanenhalsför-

28

mig gebogenen Glasrohres (von 20 c.m. Höhe und 6 m m. lichter Weite), welches an beiden Enden stark abgeschrägt ist, mit einem Kühler (Länge nicht unter 50 c.c.) verbunden, wobei der Kolben auf ein doppeltes Drahtnetz zu stehen kommt, und werden genau 110 c.c. abdestillirt. Abpipettirte 100 c.c. des filtrirten Destillates werden mit 1/10-Normallauge und Phenolphtaleïn titrirt, die gefundene Menge wird mit 1.1 multiplicirt, und davon die in einem blinden Versuche gefundene Menge abgezogen.

Für den blinden Versuch werden 10 c.c. Lösung 1 mit soviel verdünnter Schwefelsäure versetzt, dass ungefähr eine gleiche Menge Kali wie bei der Fettverseifung durchschnittlich ungebunden bleibt; sonst wird wie beim Hauptversuch verfahren.

913. — *Bestimmung der Jodzahl (nach von Hübl).* — *Erforderliche Lösungen.* — 1. Jodlösung. — Es werden einerseits 25 gr. Jod, andererseits 30 gr. Quecksilberchlorid in je 500 c.c. 95 p. c. igem, fuselfreiem Alkohol gelöst, letztere Lösung, wenn nöthig, filtrirt und beide Lösungen getrennt aufbewahrt. Die Mischung beider Lösungen für jeden Versuch erfolgt zu gleichen Theilen und soll mindestens 48 Stunden vor dem Gebrauch stattfinden.

2. Natriumthiosulfatlösung. — Sie enthält im Liter ca. 25 gr. des Salzes. Die bequemste Methode zur Titerstellung ist die Volhard'sche.

3. Chloroform; am besten eigens gereinigt.

4. 10 p. c. ige Jodkaliumlösung.

5. Stärkelösung : Man erhitzt eine Messerspitze voll löslicher Stärke in etwas destillirtem Wasser; einige Tropfen der unfiltrirten Lösung genügen für jeden Versuch.

Ausführung der methode. — Man bringt von trocknenden Oelen 0.15—0.18 gr., von nichttrocknenden 0.3—0.4 gr., von festen Fetten 0.8—1 gr. in ein dünnwandiges Stöpselglas, löst in 15 c.c. Chloroform und lässt 30 c.c. Jodlösung zufliessen. Sollte die Flüssigkeit nach dem Umschwenken nicht völlig klar sein, so wird noch etwas Chloroform hinzugefügt.

Tritt binnen kurzer Zeit fast vollständige Entfärbung der Flüssigkeit ein, so muss man noch Jodlösung zugeben. Die Jodmenge muss so gross sein, dass noch nach 1 1/2—2 Stunden die Flüssigkeit stark braun gefärbt erscheint. Nach dieser Zeit ist die Reaktion bei nichttrocknenden Oelen, sowie bei festen Fetten beendet; bei trochnenden Oelen ist 18 stündige Einwirkungszeit erforderlich. Man operirt am bestem bei Temperaturen von 15—18°, vor Einwirkung direkten Sonnenlichtes geschützt.

Man versetzt dann mit 15 c.c. Jodkaliumlösung, schwenkt um und fügt 100 c.c. Wasser zu. Scheidet sich hierbei ein rother Niederschlag aus, so war die zugesetzte Menge Jodkalium ungenügend, doch kann man diesen Fehler durch nachträglichen Zusatz von Jodkalium verbessern. Man lässt nun unter oftmaligem Schütteln so lange Thiosulfatlösung zufliessen, bis die wässerige Flüssigkeit und die Chloroformschicht nur mehr schwach gefärbt sind. Jetzt wird etwas Stärkelösung zugegeben und zu Ende titrirt.

Mit jeder Versuchsreihe ist ein sogenannter blinder Versuch zu verbinden.

914. — *Bestimmung der unlöslichen Fettsäuren (Hehner'sche Zahl)* (1). — Die Hehner'sche Zahl giebt die Ausbeute an unlöslichen Fettsäuren an, welche 100 Theile Fett liefern.

3 bis 4 gr. Fett werden in einer Porzellanschale von etwa 10 c. Durchmesser mit 1 bis 2 gr. Aetznatron und 50 c.c. Alkohol versetzt und unter öfterem Umrühren auf dem Wasserbad erwärmt, bis das Fett vollständig verseift ist. Die Seifenlösung wird bis zur Sirupdicke verdampft, der Rückstand in 100 bis 150 c.c. Wasser gelöst und mit Salzsäure oder Schwefelsäure angesäuert. Man erhitzt, bis sich die Fettsäuren als klares Oel an der Oberfläche gesammelt haben, und filtrirt durch ein vorher bei 100° getrocknetes und gewogenes Filter aus sehr dichtem Papiere. Um ein trübes Durchlaufen der

(1) *Anweisung des Bundesrath* (22 März 1893).

Flüssigkeit zu vermeiden, füllt man das Filter zunächst zur Hälfte mit heissem Wasser an und giesst erst dann die Flüssigkeit mit den Fettsäuren darauf. Man wäscht mit siedendem Wasser bis zu 2 Liter Waschwasser aus, wobei man stets dafür sorgt, dass das Filter nicht vollständig abläuft.

Nachdem die Fettsäuren erstarrt sind, werden sie sammt dem Filter in ein Wägegläschen gebracht und bei 100° C. bis zum konstanten Gewichte getrocknet oder in Aether gelöst, in einem tarirten Kölbchen nach dem Abdestilliren des Aethers getrocknet und gewogen.

915. — *Bestimmung der unverseifbaren Bestandtheile der Fette.* — 10 gr. werden in einer Schale mit 5 gr. Kalihydrat und 50 c.c. Alkohol verseift, die alkoholische Lösung mit dem gleichen Volumen Wasser verdünnt und mit Petroleumäther ausgeschüttelt. Der mit Wasser gewaschene Petroleumäther wird verdunstet, der Rückstand gewogen und zweckmässig nochmals in gleicher Weise behandelt.

916. — *Nachweis von Harzöl in fetten Oelen durch Polarisation.* — Zum Nachweise von Harzöl dient neben anderen Methoden (Bestimmung von Jod- und Verseifungzahl) auch die Polarisation, welche man mit dem natürlichen Oel oder in bestimmter Verdünnung mit Petroläther vornimmt. Die Harzöle drehen im 200 mm-Rohr im Halbschattenapparate mit Kreisgradtheilung 30—40° rechts, während die Drehung aller fetten Oele des Thier- und Pflanzenreiches zwischen ± 1° schwankt.

917. — *Nachweis des Phytosterins zur Unterscheidung der Pflanzenöle von thierischen Fetten.* — Zu 50 gr. Fett setzt man 20 gr. Kalihydrat, ebensoviel Wasser und wenn sich das Kalihydrat gelöst hat, 50 c.c. Alkohol; man erwärmt auf dem Wasserbade bis zum Verseifung, verdünnt mit Wasser auf 1000—1200 c.c. und schüttelt dann in einem Scheidetrichter mit 500 c.c. Aether durch. Der Aether wird von der

wässerigen Flüssigkeit getrennt, wenn nöthig filtrirt, verdunstet, der Rückstand nochmals mit alkoholischer Kalilauge erwärmt und die wässerige Lösung wiederum mit wenig Aether geschüttelt. Der Aetherauszug wird mehrmals mit Wasser durchgeschüttelt, schliesslich verdunsten gelassen, der Rückstand in heissem Alkohol gelöst, letzterer bis auf 1—2 c.c. verdunstet, die beim Erkalten sich bildende Krystallmasse auf eine poröse Thonplatte ausgebreitet und davon nach einigem Trocknen direkt der Schmelzpunkt bestimmt.

Das Cholesterin erstarrt aus einer gesättigten alkoholischen Lösung zu einem Brei von Krystallen (rhombischen Tafeln), das Phytosterin bildet büschelförmig gruppirte Nadeln bezw. längliche Tafeln. Der Schmelzpunkt des ersteren liegt bei 146° bis 147°, der des Phytosterins bei 133 bis 136°.

Butter und Butterschmalz.

918 — Butter ist das erstarrte, aus der Milch abgeschiedene Fett, welchem rund 15 p. c. Magermilch beigemischt sind.

Das durch Schmelzen der Butter von den Milchbestandtheilen getrennte klare Fett bildet erkaltet das Butterschmalz.

Der Zusatz von Kochsalz ist üblich und, sofern er sich in mässigen Grenzen hält, nicht zu rügen.

Um der Winterbutter die Farbe der Sommerbutter zu geben, ist eine Färbung derselben vielfach gebräuchlich.

919. — *Veränderungen und Verfälschungen.* — Mangelhaftes Auskneten der Butter lässt dieselbe rasch in Zersetzung übergehen, die sich insbesondere in der Zunahme des Gehaltes an freien Fettsäuren äussert. Ferner bewirkt Aufbewahrung in unreinen Gefässen, Zutritt von Luft und Licht das schnelle Ranzigwerden und das Talgigwerden der Butter. Durch die Thätigkeit niederster Organismen entstehen Fehler im Geschmack, Geruch und Aussehen der Butter (verschimmelte und rothe Butter u. s. w.).

Die hauptsächlichsten Verfälschungen sind :

1. Absichtliche Erhöhung des Wasser oder Salzgehaltes ;

2. Ersatz des Butterfettes durch andere, minderwerthige Fette thierischen oder pflanzlichen Ursprungs;

3. Zusätze von Konservirungsmitteln, wie Borsäure, Salicylsäure, Formaldehyd, etc.

Ein Zusatz von gewichtsvermehrenden Mineralbestandtheilen oder von Mehl und dergl. dürfte im Allgemeinen nur selten vorkommen; dasselbe gilt von der Verwendung giftiger Farben zum Färben der Butter.

920. — *Beurtheilung.* — *a*) Zusammensetzung. — Marktfähige Butter soll mindestens 80 p. c. Milchfett enthalten. Der Gehalt an Kochsalz soll 2 p. c. nicht übersteigen.

Mineralische Beimengungen ausser Kochsalz und solche von Mehl, Kartoffelbrei, Käsemasse und dergl. sind als Verfälschungen zu beanstanden.

b) Nachweis fremder Fette (Zusatz von Margarine zur Butter). — Dieser kann erfolgen durch die Bestimmung :

1. Der Reichert-Meissl'schen und der Koettstorfer'schen Zahl, bezw. die Vereinigung beider Methoden (n° 912);

2. Des Brechungsindex (n° 911);

3. Des spec. Gewichtes, des Schmelzpunktes und des Erstarrungspunktes, der Hehner'sche Zahl, etc. (n°s 909, 910, 914).

Die Bestimmungen der unter 3. genannten Grössen können nur zur Erkennung sehr grober Fälschungen dienen.

Die Bestimmung des Brechungsindex oder der sog. Refraktometergrade lässt die Untersuchung einer grossen Zahl von Proben in kurzer Zeit zu und hat insofern namentlich für die Marktkontrole grossen Werth, als sie leicht gestattet, verdächtige Proben von unverdächtigen zu unterscheiden.

Für die Beurtheilung des Butterfettes auf Reinheit sind vorwiegend die Zahlen der kombinirten Reichert-Meissl'schen und Köttstörfer'schen Methoden massgebend. Es beträgt im Allgemeinen bei reinem Butterfett die Reichert-Meissl'sche Zahl 26—32 c.c., die Köttstorfer'sche Verseifungszahl 222—232 mg.

Da der Gehalt des Butterfettes an flüchtigen Fettsäuren von mancherlei Umständen (namentlich von dem Futter, dan von der Rasse, Laktation der Kühe, Art der Zubereitung der Butter, etc.) abhängig ist, so ist bei der Beurtheilung der Reinheit des Butterfettes grosse Vorsicht erfordelich. Diese Umstände genau zu erfahren, die Wirkung natürlicher, aber abnormer Verhältnisse zu prüfen, ist eben die Aufgabe des Sachverständigen. Nichts soll uns mit Aufstellung obigen Grenzwerthes ferner liegen, als ein für allemal eine strikte Norm aufzustellen, von der es kein Abweichen giebt.

Namentlich bei Streichbutter in Bezirken mit kleinbäuerlichen Verhältnissen, wo eine fragliche Butter oft von einer oder zwei Kühen stammt oder auch in grösseren Stallungen, wo ein abnormes, einseitiges Futter (Treber, Palmkernmehl, Maisschlempe) verabreicht wird, kan die Reichert-Meissl'sche Zahl bedeutend unter 24 c.c. sinken. Um hier sicher zu gehen, wird der Sachverständige in ähnlicher Weise vorgehen, wie bei der Beurtheilung der Milch, wo schliesslich einzig die Vornahme der Stallprobe entscheidend sein kann.

Die Ranzigkeit, ferner die Zunahme eines Butterfettes an freien Fettsäuren, kann eine Veränderung der Reichert-Meissl'schen Zahl bewirken, wenn auch dieser Einfluss im Grossen keineswegs so bedeutend ist, dass hierdurch auch echte Butter den Charakter von Mischbutter annehmen könne.

c) Zusätze von chemischen Konservirungsmitteln ausser Kochsalz sind unstatthaft.

d) Die künstliche Färbung wird als Fälschung aufzufassen sein da, wo garantirt frische Grasbutter durch alte, künstlich gefärbte Winterbutter ersetzt wurde.

e) Der Säuregrad feiner Tafelbutter hält sich unter 5°. Damit soll jedoch nicht gesagt sein, dass Butter mit höherem Gehalt an freien Fettsäuren verdorben ist, denn solche lässt sich sehr wohl zum Kochen verwenden. Auf Grund des Säuregrades allein, kann eine Butter nicht als verdorben erklärt werden, solange nicht eine schädliche physiologische Wirkung

der freien Fettsäuren in nicht ranzigem Butterfett nachgewiesen ist.

Als verdorben zu beanstanden ist talgige Butter, ranzige, grabelnde, verschimmelte, ölige, bittere, wie überhaupt Butter welche ekelerregendes Aussehen, ekelerregenden Geschmack oder Geruch besitzt.

921. — *Wasserbestimmung.* — 5 gr. Butter werden in einer mit feingepulvertem, ausgeglühtem Bimstein beschickten. tarirten, flachen Schale abgewogen und in einen Vakuumapparat oder einen Trockenapparat mit glycerinfüllung gestellt. Nach einer Viertelstunde wird die im Trockenschrank erfolgte Gewichtsabnahme festgestellt; eine zweite und dritte Kontrole erfolgt nach je weiteren 10 Minuten. In der Regel ist nach 25 Minuten keine Gewichtsabnahme mehr zu bemerken; zu langes Trocknen ist zu vermeiden, da alsdann durch Oxydation des Fettes wieder Gewichtszunahme eintritt.

922.— *Bestimmung von Kaseïn, Milchzucker und Salzen.* — 5—10 gr. Butter werden unter häufigem Umschütteln etwa 6 Stunden im Trockenschranke bei 100—105° C. vom grössten Theile des Wassers befreit; nach dem Erkalten wird das Fett mit etwas absol. Alkohol und Aether gelöst, der Rückstand filtrirt und mit Aether hinreichend nachgewaschen.

Der getrocknete und gewogene Filterinhalt ergiebt die Menge des wasserfreien Nichtfettes (Kaseïn + Milchzucker + Salze); er wird bei möglichst niedriger Temperatur verascht (unter Ausziehen mit Wasser) und liefert so die Menge der Salze.

Zur Bestimmung des Kochsalzes wird die Asche mit Wasser ausgelaugt und das vorhandene Chlor nöthigenfalls in einem aliquoten Theile der Lösung gewichts- oder maassanalytisch bestimmt.

Aus einer zweiten Menge Butter wird mit Alkohol und Aether die Hauptmenge des Fettes durch Abfiltriren entfernt und Filter nebst Inhalt nach Kjeldahl verbrannt. Das gefun-

dene Stickstoff, mit 6.37 multiplicirt, ergiebt die Menge des vorhandenen Kaseïns.

923. — *Bestimmung des Fettes.* — 1. Indirekt : durch Subtraktion des Gehaltes an Wasser + Kaseïn + Milchzucker + Salzen von 100.

2. Direkt :

α) Durch Eindampfen eines aliquoten Theiles der bei der Bestimmung von Kasein + Milchzucker + Salzen nach n° 922 erhaltenen, auf ein bestimmtes Volumen aufgefüllten Fett-Lösung;

β) Folgendermaassen : 5 gr. Butter werden geschmolzen, mit 20 gr. Gips gemischt, 6 Stunden lang bei ca. 100° C. getrocknet; das nach dem Erkalten erhaltene trockene Pulver, mit absolutem Aether extrahirt.

924. — *Bestimmung des Säuregrades.* — Zur diese Bestimmung werden etwa 5—10 gr. Fett verwendet. Die Butter darf vorher nur wenig über ihren Schmelzpunkt erwärmt werden.

In der Regel ermittelt man den Säuregrad des Butterfettes; man hat dieses daher zuerst zu isoliren und verfährt alsdann nach n° 849.

Bei der Butter kann es aber auch empfehlenswerth sein, nich blos den Gehalt des Butterfettes an freien Säuren zu ermitteln, sondern auch denselben für die ganze unausgeschmolzene Butter festzustellen. An Stelle des Aethers müsste dann ein Gemisch aus gleichen Theilen Alkohol und Aether treten.

925. — *Mikroskopische und hygienische Prüfung.* — Schimmelige Butter ist stets mikroskopisch zu untersuchen. Am besten eignet sich hierzu der nach dem Schmelzen und Filtriren bleibende Rückstand. Zu beachten ist, ob die Schimmelvegetation blos an der Oberfläche vorkommt, oder ob schon das Innere der Butter davon ergriffen ist.

Rothe Butter, wie solche wiederholt beobachtet wurde, wäre auf die Gegenwart von Rosahefe zu prüfen. Auch grüne, Algen enthaltende Butter wurde schon beobachtet.

926 — *Nachweis fremder Farbstoffe.* — Durch Schütteln der geschmolzenen Butter mit absolutem Alkohol oder Petroläther vom spec. Gew 0.638 : Naturbutter ertheilt denselben keine oder eine schwach gelbliche Färbung, während sich bei gefärbter Butter diese deutlich gelb färben.

927. — *Nachweis von Sesamöl* (1). — *a*) Wenn keine Farbstoffe vorhanden sind, die sich mit Salzsäure roth färben, so werden 5 c.c. geschmolzenes Butterfett mit 0.1 c.c. einer alkoholischen Furfurollösung (1 Raumtheil farbloses Furfurol in 100 Raumtheilen absoluten Alkohols gelöst) und mit 10 c.c. Salzsäure vom spec. Gew. 1.19 mindestens 1/2 Minute lang kräftig geschüttelt. Wenn die am Boden sich abscheidende Salzsäure eine nicht alsbald verschwindende deutliche Rothfärbung zeigt, so ist die Gegenwart von Sesamöl nachgewiesen.

b) Wenn Farbstoffe vorhanden sind, die durch Salzsäure roth gefärbt werden, so schüttelt man 10 c.c. geschmolzenes Butterfett in einem kleinen cylindrischen Scheidetrichter mit 10 c.c. Salzsäure vom spec. Gew. 1.125 etwa 1/2 Minute lang. Die unten sich ansammelnde rothgefärbte Salzäureschicht lässt man abfliessen, fügt zu dem in dem Scheidetrichter enthaltenen geschmolzenen Fette nochmals 10 c.c. Salzsäure vom spec. Gew. 1.125 und schüttelt wiederum 1/2 Minute lang. Ist die sich abscheidende Salzsäure noch roth gefärbt, so lässt man sie abfliessen und wiederholt die Behandlung des geschmolzenen Fettes mit Salzsäure vom spec. Gew. 1.125 bis letztere nicht mehr roth gefärbt wird. Man lässt alsdann die Salzsäure abfliessen und prüft 5 c.c. des so behandelten geschmolzenen Butterfetts nach dem unter *a*

(1) *Anweisung des Bundesrath*, 22 mars 1898.

beschriebenen Verfahren auf Sesamöl. Zu diesen Versuchen verwende man keine höhere Temperatur, als zur Erhaltung des Fettes in geschmolzenem Zustande nothwendig ist.

MARGARINE.

928. — Margarine sind (nach dem Gesetz) diejenigen der Milchbutter oder dem Butterschmalz ähnlichen Zubereitungen, deren Fettgehalt nicht ausschliesslich der Milch entstammt.

Als Fettmasse finden vorwiegend folgende Fette Verwendung :

1. Oleomargarin, das ist der vom grössten Theile des Stearins befreite Rindstalg;
2. Neutral-lard, das ist Neutralschmalz, gereinigtes Schweineschmalz, gewonnen aus dem Netz- und Gekrösefett des Schweines;
3. Baumwollsamenöl (Cottonöl) oder der feste Antheil desselben, das Baumwollsamenstearin (Cottonstearin);
4. Sesämöl;
5. Erdnussöl (Arachisöl).

Seltener finden auch andere Fette : Palmkernöl, Palmöl, Kokosöl u. dergl. Verwendung.

Vielfach umgeht man die Herstellung des Oleomargarins aus Talg vollständig und verwendet diesen mit entsprechenden Zusätzen von flüssigen Oelen direkt zur Herstellung der Margarine.

Die Margarine muss den Bestimmungen des § 2 des Reichsgesetzes vom 12. Juli 1887 genügen, wonach ein Vermischen von Butter mit Margarine verboten ist und in der Margarine nur soviel Butterfett enthalten sein darf, als durch die Verwendung von 100 Gewichtstheilen Milch oder 10 Gewichtstheilen Rahm auf 100 Theile Fettmasse bei der Herstellung herrührt.

Einem Gehalte von 4 - 6 p. c. Butterfett, welch letztere Menge durch Verwendung von 10 Gewichtstheilen eines sehr fettreichen Centrifugenrahmes sehr wohl in die Margarine

gelangen kann und die daher als gesetzlich zulässig angesehen werden muss, würden Reichert-Meissl'sche Zahlen von 1.8 bis 2.5 entsprechen, während das Margarinefett meistens Reichert-Meissl'sche Zahlen von 0.7—1.0 hat.

Es können jedoch bei Margarine noch höhere Reichert-Meissl'sche Zahlen vorkommen, ohne dass der Butterfettgehalt die erlaubte Grenze überschreitet, ja sogar ohne dass überhaupt Butterfett im Margarinefett vorhanden ist, da namentlich zwei pflanzliche Fette, Palmkernöl und Kokosnussöl, verhältnissmässig hohe Reichert--Meissl'sche Zahlen haben, nämlich 4—5 bezw. 7—8.

Zur Erkennung eines Gehaltes an diesen Fetten dienen die sehr niedrigen Jodzahlen und die hohen Verseifungszahlen derselben

929 — *Schätzung des Sesamölgehaltes in der Margarine* (1). — 0.5 c.c. des geschmolzenen, klar filtrirten Margarinefetts werden mit 9.5 c.c Baumwollsamenöl, das, nach dem unter n° 927 beschriebenen Verfahren geprüft, mit Furfurol und Salzsäure keine Rothfärbung giebt, vermischt. Man prüft die Mischung nach dem unter n° 927 angegebenen Verfahren auf Sesamöl. Hat die Margarine den vorgeschriebenen Gehalt an Sesamöl (10 p. c.), so muss die Sesamölreaktion noch deutlich eintreten.

SCHWEINEFETT (SCHWEINESCHMALZ).

930 — *Verfälschungen.* — Zusatz von Pflanzenfetten, vornehmlich Baumwollsamenöl und-Stearin (Cotton-Stearin), ferner Erdnuss-, Palmkern-, Sesam-, Kokosöl, etc.

Zusatz von « Presstalg », Rindstalg oder Hammeltalg zur Erhöhung der Konsistenz.

Gleichzeitiger Zusatz von Talg und Pflanzenfetten.

(1) *Anweisung des Bundesrath*, 22 mars 1898.

Zusatz von gewichtsvermehrenden fremden Stoffen ausser Fetten, sowie das vereinzelt beobachtete theilweise Verseifen zur Bindung grösserer Wassermengen.

931. — *Beurtheilung.* — Speisefette, welche als « Schweinefett » oder « Schmalz » feilgehalten und verkauft werden, müssen frei von jedem fremden Zusatz sein.

Für Gemische von Schweinefett mit anderen Fetten thierischen und pflanzlichen Ursprungs ist allein die Bezeichnung « Speisefett » oder eine andere, welche die Zusammensetzung erkennen lässt, zulässig.

Für den Nachweis der Verfälschungen giebt meist die Hübl'sche Jodzahl im Verein mit den qualitativen Vorproben die werthvollsten Anhaltspunkte. Die Jodzahlen für Schweinefett, soweit es überhaupt als Speisefett in Betracht kommt, können zwischen 46 und 64 schwanken. Die Jodzahlen des Baumwollsamenöls liegen weit höher (102—108.5).

Die Bechi'sche und die Welman'sche Reaktionen, die Prüfung auf Phytosterin und die Bestimmung der Jodzahl der flüssigen Fettsäuren können unter Umständen Aufschluss über eine vorliegende Fälschung geben.

Schweinefette welche eine unter 46 fallende Jodzahl besitzen, sind als mit Talg verfälscht zu erklären. Rindstalg hat nämlich die Jodzahlen 35.6—40.0 und Rindspresstalg geht bis zu 17—20 herab. Doch ist hierbei zu beachten, dass:

a) Von Einfluss auf die Jodzahl das Alter der Schweinefettes ist, insofern als mit einer Zunahme von freien Fettsäuren eine Abnahme der Jodzahl Hand in Hand geht;

b) Eine unter 46 sinkende Jodzahl des Schweinefettes auch von einem Gehalt desselben an Kokosöl oder Palmkernöl herrühren kann. Doch sind diese beiden Fette leicht an der hohen Verseifungszahl und der relativ hohen Reichert-Meissl'schen Zahl zu erkennen.

Bei der Ausführung und Beurtheilung der Farben-Reaktionen ist darauf zu achten, dass die Ausführungsvorschriften peinlich genau innegehalten werden, und dass die Fette nur in vollständig klar geschmolzenem Zustande verwendet werden.

Dabei sind sehr geringe Verfärbungen nicht als positive Reaktionen anzusehen, sondern nur das deutliche Auftreten der charakteristischen Färbungen. Ferner können die Bechi'sche und Welman'sche Reaktion eintreten, ohne dass Baumwollsaatöl vorhanden ist, wenn das betreffende Fett beim Ausschmelzen einen Zusatz von Zwiebeln und dergl. erhalten hat (Bratenschmalz).

Namentlich bei der Welmans'schen Reaktion sind nur deutliche Grünfärbungen, nicht schwache Grüngelbfärbungen, als für die Anwesenheit fetter Oele sprechend anzusehen.

Die Bechi'sche Reaktion kann unter Umständen bei überhitztem Baumwollsaatöl ausbleiben.

932. — *Nachweis von Baumwollsamenöl mit silbernitrat.* — Man bereitet sich :

1. Eine Lösung von 1 gr. Silbernitrat in 200 gr. reinem Alkohol von 98 p. c. und 0.1 gr. Salpetersäure. Die Lösung, welche schwach sauer reagiren muss, wird filtrirt ;

2. Eine Mischung von 100 gr. reinem Amylalkohol (Siedep. 130—132°) und 15 gr. Kolza-oder Rapsöl.

Die Fette werden geschmolzen und filtrirt; vom klaren Filtrat bringt man 10 c.c. in ein dünnwandiges Kölbchen, giebt 10 c.c. Reagens II und 1 c.c. I zu und schüttelt gut durch, warauf man das Kölbchen an einem vor der Einwirkung des Tageslichtes möglichst geschützten Ort in's kochende Wasserbad einhängt und genau 1/4 Stunde darin belässt. Bei Gegenwart von Cottonöl tritt eine Reduktion der Silberlösung ein, indem die Mischung eine tiefbraune bis schwarze Färbung annimmt.

933. — *Nachweis des Sesamöls mit Furfurol.* — Zu 0.1 c.c. Furfurollösung (2 gr. auf 100 c.c. Alkohol) giebt man 5 c.c. geschmolzenes Fett (oder 10 c.c. Oel) und dann 10 c.c. Salzsäure (von spec. Gew. 1.19), schüttelt eine halbe Minute lang und lässt dann stehen. Bei Gegenwart von Sesamöl ist die am Boden sich abscheidende Salzsäure deutlich karmoisinroth.

934. — *Nachweis von Erdnussöl.* — Er beruht auf der Isolirung der vorhandenen Arachinsäure, die durch ihren hohen Schmelzpunkt (75° C.) charakterisirt ist. Das fragliche Fett wird verseift, aus der Seife werden die Fettsäuren abgeschieden und durch fraktionirte Krystallisation aus heissem Alkohol wird die Arachinsäure isolirt.

935. — *Nachweis von Pflanzen-Oelen mit Phosphormolybdänsäure.* — 1 gr. des geschmolzenen und klar filtrirten Fettes löst man in 5 c.c. Chloroform, setzt 2 c.c. frisch bereitete Phosphormolybdänsäure oder phosphormolybdänsaures Natron und einige Tropfen Salpetersäure zu und schüttelt kräftig. Bei Anwesenheit von fetten Oelen tritt eine Reduktion ein; die Mischung nimmt eine grünliche, ja bei bedeutenden Zusätzen eine smaragdgrüne Färbung an. Lässt man einige Minuten stehen, so scheidet sich die Flüssigkeit in 2 Schichten; die obere, falls fette Pflanzenöle vorhanden sind, schön grün gefärbt ist. Man kann dann weiter die saure Mischung mit Ammoniak alkalisch machen, wobei die grüne Farbe in blau übergeht.

Olivenöl.

936. — *Verfälschungen.* — 1. Das Olivenöl ist vielfachen Verfälschungen mit anderen flüssigen Pflanzenölen ausgesetzt; so dienen namentlich Sesamöl, Erdnussöl, Baumwollsamenöl, Rüböl, und seltener auch trocknende Oele wie Mohnöl, Leinöl zur Verfälschung des Olivenöles und namentlich des sog. « Baumöles » des Handels; vereinzelt ist Zusatz von Mineralöl beobachtet worden.

2. Ebenfalls vereinzelt ist im Handel als « Malagaöl » ein mit Grünspan gefärbtes Olivenöl beobachtet worden.

937. — *Beurtheilung.* — 1. Die Jodzahl reinen Olivenöls schwankt im Allgemeinen zwischen 79.5 und 88.0. Die zur Verfälschung dienenden Oele haben eine höhere Jodzahl.

2. Es werden erkannt Baumwollsamenöl, Sesamöl und Erdnussöl nach n°s 932, 933 und 934; Rüböl, durch die Erniedrigung der Verseifungszahl; Trocknende Oele, durch die Erhöhung der Jodzahl.

Kupferhaltige Oele sind als verfälscht zu beantstanden.

MEHL UND BROT

ROHSTOFFE : GETREIDE UND HÜLSENFRÜCHTE.

938. — *Verfälschungen und Verunreinigungen.* — Als eine Verfälschung wird das Anfeuchten des Getreides bezeichnet und ebenso das Oelen. Ersteres würde nöthigenfalls durch eine Wasserbestimmung zu ermitteln sein; das Oelen ist aber schwerer zu erkennen. Einen gewissen Anhalt giebt das einstündige Einlegen in Wasser; geölter Weizen ist dann nicht so gequollen als ungeölter.

Bei Hülsenfrüchten wird mitunter überjährige Waare mit der neujährigen versetzt, was dann ein ungleiches Garkochen veranlasst. Man würde das durch einen Keimungsversuch ermitteln können.

Unkrautsamen, Mutterkorn, Brandsporen, etc. finden sich vielfach, vor allem aber auch andere Getreidearten. So ist der Roggen oft mit 5, selbst bis 8 p. c. Weizen verunreinigt.

MEHL UND BROT.

939. — Unter Mehl im engeren Sinne versteht man die durch den technischen Betrieb hergestellten Mahlerzeugnisse der Getreidearten.

Die aus den Mehlen in der Bäckerei unter Anwendung von Lockerungsmitteln hergestellten Erzeugnisse heissen « Brot » oder « Brotwaaren ».

Mehl und Brot *(suite)*.

940. — *Verunreinigungen und Verfälschungen.* — Verunreinigungen : Samen von Agrostemma, Lolium, Melampyrum, Rhinanthus, Polygonum und Bifora radians; das Mutterkorn (Secale Cornutum) und die verschiedenen Gattungen der Brandarten (Ustilago, Tilletia, Urocystis); Samen der Leguminosen (u. a. Vicia); Sand, Mühlstaub, Schmutz und Mäusekoth, ebenso die durch fehlerhafte Mahlvorrichtungen gelegentlich in das Mehl gelangenden metallischen Beimengungen, z. B. Blei.

Verfälschungen : *a*) Zusätze welche eine Gewichtsvermehrung bewirken :

1. Mineralstoffe, und zwar Gyps, Schwerspath, Kreide, Magnesit, Magnesiasilikat (holl. Kunstmehl), Thon- und Infusorienerde ;

2. Mehle oder Mahlerzeugnisse aus Hülsenfrüchten und Mais ;

3. Beimischungen von Mehlen anderer Getreidearten, als der Bezeichnung des betreffenden Mehles entspricht;

b) Zusätze, welche die Verschleierung der schlechten Beschaffenheit des Mehles bezwecken : Alaun und andere Thonerdesalze, Kupfer- und Zinksulfat. Letztere spielen deshalb auch in den « Backpulvern » eine Rolle.

941. — *Fehlerhafte Beschaffenheit.* — Fehlerhaften Eigenschaften des Mehles : dumpfiger Geruch, Ranzigkeit, mangelnde Griffigkeit, schlechte oder mangelhafte Backfähigkeit.

Fehler des Brotes : Auftreten von Wasserstreifen, Losreissen der Krume, zu feuchte, dichte, porenarme Beschaffenheit, Uebermass von Säure.

Veränderungen des Brotes : das Auftreten von Schimmel, Verfärbungen und Zersetzung unter dem Einflusse von Bakterien.

942. — *Beurtheilung.* — I. *Mehl.* — Der Wassergehalt von normalen Weizen- und Roggenmehlen beträgt 10—15 p.c.

Der Gehalt an Mineralbestandtheilen beträgt mit Einschluss des Mühlenstaubs in Roggenmehlen 1—2 p. c., in Weizenmehlen 0.5—1 p. c. (in groben Ausfuhrweizenmehlen bis 2.7 p. c.). Der Gehalt an in Salzsäure unlöslicher Substanz (Sand) soll bei Weizen- und Roggenmehlen 0.3 p. c. nicht übersteigen.

Grenzzahlen für Säure (als Milchsäure berechnet) und Maltose :

a) Mehle normaler Beschaffenheit Weizen 0.004—0.023, Roggen. 0.023—0.045 p. c. Säure;

b) Mehle aus ausgewachsenem Roggen 0.059—0.112 p. c. Säure und 0.512—1.09 p. c. Maltose.

Unkrautsamen verschiedener Art sollen in Brotmehlen nicht vorkommen. Ein Gehalt an Mutterkorn von über 0.5 p. c. ist schlechterdings verwerflich.

Zusätze von Alaun, Kupfer- und Zinksalzen sind unstatthaft.

Ein Bleigehalt des Mehles begründet dessen Beanstandung.

Normale Weizenmehle enthalten nicht unter 25 p. c. feuchten Kleber, der elastisch, zähe, stark dehnbar ist. Im Gegensatze dazu ist der ausgewaschene Kleber eines verdorbenen Mehles bröckliger, kürzer, weniger elastisch und leicht zerreissbar beim Dehnversuch.

II. *Brot.* — Der Wassergehalt des Brotes (Krume) soll 45 p. c. nicht überschreiten.

Für die Beurtheilung von im Brote nachgewiesenen Zusätzen von Alaun, von Kupfer- und Zinksalzen gelten dieselben Gesichtspunkte, wie sie beim Mehl entwickelt wurden.

943. — *Bestimmung des Wassergehaltes.* — Siehe Nr 846.

944. — *Bestimmung der Gesammtasche und des in Salzsäure unlöslichen Theiles der Asche.* — Siehe Nr 852.

Bei sehr schwer veraschbaren Mehle kann die ausgelaugte Kohle mit salpetersaurem Ammon verbrannt werden.

Zur vorläufigen Orientirung über das Vorhandensein grös serer Mengen von Mineralstoffen kann auch die Chloroformprobe dienen, bei deren Ausführung 2 gr. Mehl mit 30 c.c. Chloroform geschüttelt werden.

945. — *Nachweis von Mutterkorn bezw. Unkrautsamen.* — 10 bezw. 15 gr. Mehl werden mit 20 bezw. 30 c.c. Aether und 10 Tropfen verdünnter Schwefelsäure (1 : 5) 5—6 Stunden stehen gelassen, hierauf wird filtrirt und mit Aether bis auf 20 bezw. 30 c.c. nachgewaschen. Dieses ätherische Filtrat wird mit 10 bis 15 Tropfen einer kalt gesättigten Lösung von Natriumbikarbonat versetzt und kräftig durchgeschüttelt. Die sich zu Boden setzende Natriumbikarbonatlösung ist bei Gegenwart von Mutterkorn violett gefärbt. Aus der violetten Lösung lässt sich durch Uebersättigen mit verdünnter Schwefelsäure und erneutes Ausschütteln mit Aether eine reine Lösung des Mutterkornfarbstoffes erzielen, die weiter zur spektroskopischen Prüfung verwendet werden kann.

946. — *Nachweis von Alaun, Kupfer, Zink und Blei.* — Zum Nachweise von Alaun im Mehle wird dasselbe mit etwas Wasser und Alkohol durchfeuchtet. Dann werden einige Tropfen frisch bereiteter Kampecheholztinktur zugefügt, das Ganze wird umgeschüttelt und mit gesättigter Kochsalzlösung versetzt. Bei einem Alaungehalte von 0.05—0.10 p. c. nimmt die überstehende, klar gewordene Flüssigkeit eine blaue, bei einem Alaungehalte von 0.01 p. c. eine violettrothe Färbung an.

Zum Nachweis von Alaun im Brote tauche man das Brot 6—7 Minuten in Kampecheholztinktur und drücke es aus. Nach 2—3 Stunden zeigt das Brot bei Alaunzusatz eine violette Färbung.

Um Zink nachzuweisen, muss die Zerstörung der organischen Substanz mittelst koncentrirter Schwefelsäure erfolgen.

947. — *Bestimmung des Klebers (bei Weizenmehlen).* — 25 gr. Mehl werden mit 13 c.c. Wasser zu gleichmässigem

Teig verknetet. Man lässt diesen 1 Stunde lang liegen und wäscht ihn unter dem dünnen Strahle der Wasserleitung so lange aus, bis das Waschwasser klar abläuft. Der erhaltene Kleber wird in frischem Zustande gewogen, die äusseren Eigenschaften — Farbe, Dehnbarkeit — festgestellt und in einem abgewogenen Theile die beim Trocknen bei 105° verbleibende Trockensubstanz ermittelt.

948. — *Mikroskopische Prüfung des Mehles.* — Zunächst untersuche man das Mehl ohne alle weitere Vorbereitung, um namentlich die Formen der Stärkekörner, der Haare, etc. zu studieren. Man mache recht viele Präparate und erhitze auch einen Theil derselben auf dem Objektträger über einer Flamme, um die Stärke zu verkleistern. Man kann auch etwas salzsaures Anilin und Salzsäure, oder schwefelsaures Anilin und Schwefelsäure, oder Phloroglucin und Salzsäure zusetzen; in den ersten beiden Fällen färben sich die verholzten Theile, Schale und Haare gelb, im letzten Falle roth.

Um die Präparate durchsichtiger zu machen, kann man auch einen Tropfen Chloralhydrat zusetzen.

Um mehr Schalentheilchen, Haare, etc. beisammen zu haben, kann man verschiedene Vorbereitungen anwenden, die alle darauf hinauslaufen, die Stärke zu verkleistern und theilweise auch das Proteïn zu entfernen.

949. — *Mikroskopische Prüfung des Brotes.* — Da die Stärke verkleistert ist, so kann sie nicht mehr als Anhalt dienen. Die Verunreinigungen lassen sich aber sehr gut auffinden, allenfalls muss das Brot vorher eingeweicht werden.

In Weissbrot findet man oft Hefezellen, die theilweise noch vermehrungsfähig sind. Auch die zugesetzten Gewürze werden sich öfter finden.

III. Präparirte Mehle.

950. — Sie bestehen meist aus gekochten (gedämpften) Leguminosenmehlen mit Zusatz von Getreidemehlen, oft auch mit einem Zusatz von Salz und anderen Gewürzen.

Durch das Dämpfen bzw. Darren wird jedenfalls die Verdaulichkeit der Hülsenfruchtmehle erhöht; dies erzielt man in noch höherem Grade, indem man sie mit Diastase oder Malzmehl behandelt.

Liebig's Backmehl ist nichts weiter als Weizenmehl, dem Liebig'sches Backpulver (Natriumbikarbonat und saures phosphorsaures Calcium) zu etwa 1 p. c. zugesetzt ist.

Das Puddingpulver besteht aus Stärkemehl und Gewürzen nebst einem Gährmittel.

Nudeln und Maccaroni werden aus sehr kleberreichem Weizen bereitet.

951. — Die Nudeln werden meist durch Eigelb oder Safran, seltner durch Kurkuma oder Orlean schwach gelb gefärbt. Mitunter soll auch Pikrinsäure, Dinitrokresol (Victoriagelb), Dinitronaphtol (Martiusgelb) und auch das Gelb NS (dinitronaphtolsulfosaures Kalium) zum Färben verwendet werden.

Zum Nachweise der erwähnten Farbstoffe, zieht man mit Alkohol aus, färbt mit einem Theil der Lösung etwas Wolle und dampft das Uebrige ein. Bringt man zum Rückstande oder auf die Wolle etwas koncentrirte Schwefelsäure, so entsteht ein Farbenwechsel, oder nicht.

Im ersteren Falle hat man es *a*) mit Safran zu thun, wenn die Färbung blau oder rasch vorübergehend blau ist; *b*) mit Orlean, wenn die Färbung indigoblau und beständig; *c*) mit Tropäolin, wenn sie roth, violettroth oder braungelb erscheint.

Entsteht jedoch kein Farbenwechsel, so ist *a*) Kurkuma leicht an der (braunen) Färbung des Rückstandes mit Alkali und mit Borsäure zu erkennen; *b*) Pikrinsäure an der Pikraminsäure-Reaktion; bei *c*) Martiusgelb löst sich der Farbstoff nicht in kaltem, wohl aber in heissem Wasser; in der Lösung erzeugt Kali keinen, Salzsäure einen weisslichen Niederschlag; *d*) bei Gelb NS giebt die wässrige Lösung des Rückstandes mit Salzsäure keinen, mit koncentrirter Schwefelsäure einen braungelben Niederschlag; Zinkpulver entfärbt die Lösung.

IV. Starkemehle.

952. — Wichtigsten Stärkemehle des Handels :

Kartoffelstärke;

Westindisches Arrowroot, aus dem Rhizom von Maranta arundinacea;

Brasilianisches Arrowroot, Tapioka, Maniok, Kassave, aus den Wurzeln einer Euphorbiacee, Manihot utilissima (Jatropha Manihot). — Tapioka ist eigentlich bereits verkleisterte Maniokstärke, brasilianischer Sago;

Ostindische Sago, von Sagus Rumphii;

Sago. — Durch theilweise Verkleisterung und Trocknen kann man aus jeder Stärke Sago bereiten; indess geschieht das im Grossen nur mit der Kartoffel-, der Maniok- und der Sagopalmstärke.

GEWÜRZE.

953. — Bei der Herstellung der gemahlenen Gewürze muss der Thatsache gedacht werden, dass die Räume, in welchen die mechanische Zerkleinerung der Gewürze geschieht, in getrennter Benutzung für die einzelnen Gewürze nicht bestehen und nicht staubfrei sein können, ebenso Stengel- und Stielreste bei Früchten und Samen, geringe Beimengungen von fremden Stärkekörnern, Sand, Lehm u. dgl. als zufällige Beimengungen kaum vermieden werden können.

Gewürze die, unter dem Mikroskop betrachtet, von Pilzfäden durchzogen und durchwachsen erscheinen oder schimmelig sind oder sonst eine verdorbene Beschaffenheit zeigen, sind selbstverständlich nicht als marktfähige Waare zu betrachten.

Eine werthvolle Voruntersuchung besteht in dem Ausbreiten der zerkleinerten Gewürze in dünner Schicht auf einem Bogen Papier oder einem grossen, flachen Teller und Durchmusterung mit der Lupe, wodurch das Auslesen der verdäch-

tigen Gewürztheile ermöglicht wird, wie Fragmente von Palmkernen, Mais u. s. w.

Bei der mikroskopischen Prüfung der Gewürze müssen die staubfeinen Theile zunächst von den gröberen mittels eines entsprechenden Siebes getrennt werden.

Als höchste Grenzzahlen des Aschengehalts bei der Beurtheilung der Gewürze sind anzunehmen, für :

	Asche : in Procenten der lufttrocknen Waare	in Salzsäure unlöslicher Theil p. c.
Anis	10	2.5
Cardamomen (ganze Früchte) .	6	2
Cardamomen (Samen für sich) .	10	2.5
Fenchel	10	2.5
Ingwer	8	3
Koriander	7	2
Kümmel	8	2
Majoran	14	3.5—4
I. geschnitten u. getrocknet		
a) Deutsch	10.5	2
b) Französisch . . .	13	2.5
II. Blättermajoran		
a) Deutsch	15	2.8
b) Französisch . . .	17	3.8
Muskatblüthe (Macis)	3	1
Muskatnuss	3.5	0.5
Mutternelken	7	1
Nelken	8	1
Paprika	6.5	1
Pfeffer, schwarz	7	2
— weiss	4	1
Piment	6	0.5
Safran	8	0.5
Senf	4.5	0.5
Zimmt		
I. Cassia		
a) Röhren	5	2
b) Bruch	8.5	4.5
II. Ceylon		
a) Röhren	5	2
b) Bruch	7	2.5
Zimmtblüthen	4.5	0.5

954. — *Bestimmung der Asche und des in Salzsäure unlöslichen Antheiles derselben* (siehe Nr 852). — Zur vorläufigen Orientirung über das Vorhandensein grösserer Mengen von Mineralstoffen in gemahlenen Gewürzen kann die bei Mehl benutzte Chloroformprobe (Nr 944) Verwendung finden, wobei jedoch 5—10 gr. Substanz Verwendung finden müssen.

Etwa 5—10 gr. werden in der Platinschale mit anfangs möglichst kleiner Flamme verbrannt. Bei der Bestimmung der Asche von Safran genügen 2 gr.

Zur Bestimmung des in Salzsäure unlöslichen Theiles (Sand, Thon u. s. w.) wird die erhaltene Asche mit 10 p. c.-iger Salzsäure eine Stunde bei etwa 30—40° stehen gelassen.

Bei der Feststellung des Gehaltes an zugesetzten Mineralbestandtheilen empfiehlt sich, je nach dem mikroskopischen Befund, ein Schlämmverfahren, welches zweckmässig durch Ausschütteln der gemahlenen Gewürze mittels Chloroforms vorgenommen wird.

955. — *Bestimmung des Gewichtsverlustes bei 100°.* — 5 gr. werden 2 Stunden getrocknet.

956. — *Bestimmung des alkoholischen bezw. ätherischen Extraktes.* — Man trocknet 5 gr. des Gewürzpulvers bei 100° und zieht etwa 8—12 Stunden mit Alkohol oder Aether aus.

957. — *Bestimmung des Gehaltes an ätherischem Oel.* — Das Oel wird durch Wasserdampf entfernt und in dem Destillate ausgesalzen. Das Trocknen geschieht bei 15°.

Cardamomen.

958. — Die Früchte von Elettaria Cardamomum bilden die sog. kleinen Cardamomen oder Malabar-Cardamomen.

Als Gewürz werden auch die langen oder Ceylon-Cardamo-

men von Elettaria major benutzt, welche billiger, aber auch weniger aromatisch sind.

Verfälschungen : Mehle von Getreide und Leguminosen; Fruchtschalen von Cardamomen.

Gewurznelken.

959. — Gewürznelken sind die nicht vollständig entfalteten, getrockneten Blüthen von Jambosa Caryophyllus. Der Gehalt an ätherischem Oel ist grossen Schwankungen unterworfen (10 bis 25 p. c.). Nelkenstiele enthalten nur 5—6 p. c. ätherisches Oel.

Verfälschungen sind Entölte Nelken.

Als Beimengungen kommen ferner vor : Nelkenstiele, Sandelholz, Piment, Mutternelken, fremde Stärke, Mehle von Getreide und Leguminosen, Curcumawurzel.

Ingwer.

960. — Die Wurzelstöcke (Rhizome) von Zingiber officinale, ungeschälter oder geschälter; auch werden sie durch Chlor oder schweflige Säure gebleicht oder in Kalkwasser gelegt, um ihnen eine weisse Oberfläche zu geben.

Verfälschungen sind : Mehl, Mandelkleie, Curcuma, extrahirter Ingwer, Olivenkerne, Cayennepfefferschalen.

Der mittlere Gehalt der lufttrocknen Waare an ätherischem Oel beträgt 2—5 p. c.

Muskatblüthe, Macis.

961. — Der Samenmantel (arillus) von Myristica fragans. Verfälschungen sind : Gemahlener Zwieback, Mehl, Curcuma, Maismehl, gefärbte Olivenkerne, Muskatnusspulver, Pulver der wilden Macis oder Bombaymacis (Myristica malabarica).

Die echte Macis enthält bis 24 p. c. Fett (Schmelzpunkt 25—26 p. c.) und 4—15 p. c. ätherisches Oel; die Jodzahl des Fettes schwankt zwischen 77—80, die Verseifungszahl zwischen 170—173.

Muskatnuss.

962. — Die Samen des Muskatnussbaumes, Myristica fragrans und der M. Argentea (lange Muskatnuss).

Die Muskatnüsse zeichnen sich durch hohen Fettgehalt (34 p. c. durchschnittlich) und Gehalt an ätherischem Oel (8—15 p. c.) aus.

Gepulverte Muskatnüsse sollten im Handel nicht gestattet sein, da dieselben überhaupt nur aus minderwerthiger verdorbener Waare hergestellt werden können.

Kunsterzeugnisse, aus Muskatbutter mit Leguminosenmehlen, Bruchstücken von Muskatnüssen, Thon u. dergl. hergestellt, sind schon als Verfälschungsmittel für die Muskatnüsse beobachtet worden.

Paprika.

963. — Die getrockneten, reifen Beeren-Früchte mehrerer Capsicumarten, besonders von Capsicum annuum und longum.

Als Cayennepfeffer kommen in gepulvertem Zustande die Früchte anderer, besonders der kleinfrüchtigen Capsicumarten im Handel vor (Capsicum fastigiatum).

Verfälschungen sind die meisten unter Pfeffer mitgetheilten, ferner Sandelholz, Ziegelmehl, Ocker, Mennige, Schwerspath, Theerfarbstoffe, z. B. Sulfoazobenzol-β-Naphtol, auch mit Schwerspath gemengt, Curcumapulver, Holzpulver, Sägemehl, Chromroth.

Pfeffer.

964. — Der schwarze Pfeffer ist die getrocknete unreife, der weisse Pfeffer die getrocknete, reife, von dem äusseren

Theil der Fruchtschale befreite Frucht von Piper nigrum. Der weisse Pfeffer wird jedoch gegenwärtig auch in grossen Mengen durch Schälen des schwarzen Pfeffers hergestellt.

Verfälschungen des Pfeffers sind künstlicher, ganzer Pfeffer aus Thon, Mehlteig, gefärbt und in Formen gepresst. Die billigeren Sorten werden mit schwarzer Farbe gefärbt. Häufig ist der Zusatz von Palmkernmehl, Olivenkerne (Oliventrester), Leinsamenmehl (Leinölkuchen), Nussschalen, Erdnussmehl, Mandelkleie, Birnenmehl, Rapskuchen, Paradieskörner, Pfeffermatta (eine pulverige, aus verschiedenen minderwerthigen Stoffen bestehende Masse), Mehl, Getreide, Hülsenfrüchte, besonders Linsenmehl, Brot, Buchweizenmehl, Wachholderbeeren.

Ferner finden sich Pfefferschalen und schalenhaltige Abfälle von der Gewinnung des Weissen Pfeffers nicht selten als Beimengungen vor.

	Schwarzer Pfeffer	Weisser Pfeffer
Stärke	30—38 p. c.	38—52 p. c.
In Zucker überführbaren Stoffe. . .	32—52 p. c.	52—63 p. c.
Rohfaser	9.0—15.0 p. c.	5.0—7.5 p. c.
Piperin	4.5 – 7.5 p. c.	5.5—9.0 p. c.

Pfefferschalen enthalten nur etwa 11—13 p. c. in Zucker überführbare Stoffe und 0.2 p. c. Piperin.

965. — *Piperin-Bestimmung.* — 10—20 gr. werden mit starkem Aethylalkohol ausgezogen und der Alkohol verdunstet; der verbleibende Rückstand wird mit einer kalten Lösung von Natrium- oder Kaliumkarbonat behandelt und die Lösung filtrirt; das ungelöst bleibende Piperin wird nochmals in Alkohol gelöst und nach Verdunsten der Lösungsmittel getrocknet und gewogen.

PIMENT (Nelkenpfeffer, englisches Gewürz, Neugewürz).

966 — Piment ist die getrocknete, nicht völlig reife Frucht von Pimenta officinalis.

Das piment unterliegt denselben Fälschungen wie Pfeffer, ausserdem sind häufige Fälschungsmittel : Nelkenstiele und Sandelholz, Pimentstiele sowie Pimentmatta, letztere vorzugsweise aus Birnenmehl und Hirsekleie bestehend; neuerdings werden gelbgefärbte Olivenkerne als Fälschung beobachtet.

Piment enthält ungefähr 1 p. c. ätherisches Oel.

SAFRAN.

967. — Der Safran bildet die getrockneten Narben der im Herbste blühenden kultivirten Form von Crocus sativus.

Der Safran kann beim Einsammeln einen Fett- bezw. Oelzusatze erfahren, kann ferner bis 16 p. c. Wasser enthalten.

968. — *Verfälschungen.* — Blumenblätter von Calendula officinalis, Saflorblüthen von Carthamus tinctorius, Blüthentheile anderer Crocusarten (orientalischen oder persischen Safrans), Maisgriffel, Kapsafran (aus den getrockneten Blüthen von Lyperia crocea), Blüthen von Tritonia aurea, Feminell (Griffel der Safranblüthe), Sandelholz, Curcuma, Stärke von Cerealien, Honig, Glycerin, Zuckerlösung, Baryt, Schwerspath, Gyps, Kreide, Zinnoxyd, Entfärbter und künstlich mit Theerfarbstoffen aufgefärbter Safran.

969. — *Nachweis der fremden Farbstoffe.* — Reiner Safran giebt mit koncentrirter Schwefelsäure Blaufärbung.

Safranauszug verändert, mit verdünnter Salzsäure versetzt, die Farbe nur wenig; auf Zusatz von Kalilauge wird die Lösung goldgelb.

Safranauszug mit Zink und Salzsäure oder schwefliger Säure behandelt, giebt ein farbloses Filtrat, welches sich

weder auf Zusatz von Aldehyd, noch beim längeren Stehen an der Luft wieder färbt.

Safranauszug mit Baryumhyperoxyd und Salzsäure giebt farblose Lösung.

Senfmehl.

970. — Aus den Samen von Brassica nigra, Sinapis alba und Sinapis juncea gewonnen, und zwar meistens aus den Pressrückständen der geschrotenen Samen.

Verfälschungen: Pressrückstände ölhaltiger Samen (Leinsamenmehl, Rapskuchen), Mehl, Curcuma, Maismehl.

Für die Beurtheilung eines Senfmehles kann ausser der Bestimmung der Stärke nach der Entfettung, sowie ausser der Bestimmung des Stickstoffs, des Fettes und der Asche, auch die Bestimmung des Senföles, wovon der schwarze Senfsamen (mit myronsaurem Kalium) 0.6—1.0 p. c., der weisse Senfsamen (mit Sinalbin) 0.1—0.2 p. c. liefert, Anhaltspunkte liefern.

971. — *Bestimmung des Senföls.* — 20 oder 25 gr. werden mit warmem Wasser zu einem Brei verrührt. Nach verlauf einer halben Stunde wird Wasserdampf eingeleiteit, der nach Verdichtung im Kühler in einer Vorlage aufgefangen wird. Die Vorlage ist mit 50 c.c. einer gesättigten Lösung von Kaliumpermanganat und 1/4 des Kaliumpermanganats an Kalihydrat gefüllt. Nachdem ungefähr 150—200 c.c. Wasser überdestillirt sind, wird das Destillat durchgeschüttelt, erwärmt, das überschüssige Kaliumpermanganat mit Alkohol reducirt, das Ganze auf ein bestimmtes Volumen gebracht, durch ein trocknes Filter filtrirt und in einem aliquoten Theil die Schwefelsäure bestimmt. Da jedoch der aus dem Alkohol entstehende Aldehyd Kaliumsulfat reducirt haben kann, so setzt man nach Ansäuern mit Salzsäure etwas Jod und fällt mit Chlorbaryum. Aus dem erhaltenen Baryumsulfat berechnet sich durch Multiplikation mit 0,4249 der Gehalt an Senföl.

Es empfiehlt sich auch folgenden Weg einzuschlagen :
Etwa 5 gr. werden mit 100 c.c. Wasser bei 20—25° mindestens 2 Stunden stehen gelassen, hierhauf nach Zusatz von 10 c.c. Alkohol und 5 gr. Olivenöl der Destillation unterworfen, wobei 50 c.c. des auftretenden Destillats in 25 c c. Ammoniak eingeleiteit werden. Dieses Destillat wird auf 100 c.c. verdünnt und mit überschüssigem Silbernitrat versetzt. Das ausgeschiedene Schwefelsilber wird gewogen und dient zur Berechnung des Senfölgehaltes.

972. — *Nachweis von Curcuma.* — Man zieht das Senfmehl mit Alkohol aus und prüft die alkoholische Lösung mit Alkali in kalt gesättigter Lösung auf Curcuma-Farbstoff.

ZIMMT.

973. — Der Zimmt besteht aus den getrockneten, von der Oberhaut bezw. dem Periderm mehr oder weniger befreiten Astrinden verschiedener Cinnamomum-Arten, so von Cinnamomum ceylanicum, Cinnamomum Cassia und Cinnamomum Burmanni var. chinense.

Der Gehalt an ätherischem Oel beträgt durchschnittlich 1 p. c.

Verfälschungen : Mehl, Sandelholz, Zimmtmatta, entölter Zimmt, Zucker, Oelkuchen, Eisenocker.

SONSTIGE GEWÜRZE.

974. — **Anis.** — Die getrockneten Früchte von Pimpinella anisum.

Er ist die Gegenwart von Früchten des Schierlings (Conium maculatum) als zufällige Beimengung beobachtet worden.

Der Anis enthält 2—3 p. c. ätherisches Oel.

975. — **Koriander.** — Die getrockneten Früchte von Coriandrum sativum.

Koriander enthält 0.1—1 p. c. ätherisches Oel.

976. — **Fenchel.** — Die getrockneten reifen Früchte von Foeniculum capillaceum.

Der Fenchel enthält 3—6 p. c. ätherisches Oel.

Es kommen mit grünem Ocker und Chromgelb gefärbte und mehr oder weniger entölte Fenchel im Handel vor.

977. — **Kümmel.** — Die getrockneten Früchte von Carum carvi.

Der Gehalt an ätherischem Oel beträgt 4—7 p. c.

978 — **Mutterkümmel** (Römischer Kümmel). Die getrockneten reifen Spaltfrüchte von Cuminum cyminum.

979. — **Bohnenkraut.** — Das getrocknete, während der Blüthezeit gesammelte Kraut von Satureja hortensis.

980. — **Calmus.** — Der getrocknete Wurzelstrock von Acorus calamus.

981. — **Kappern.** — Die noch geschlossenen Blüthenknospen des Kappernstrauches (Capparis spinosa), in Salz oder Salz und Essig eingemacht.

982 — **Lorbeerblätter.** — Die getrokneten Blätter von Laurus nobilis.

983. — **Majoran.** — Das getrocknete blühende Kraut von Origanum majorana, meistens in Form eines gröblichen Pulvers.

Der Majoran, welcher stets reichlich mit Sand, Staub, Erde vermischt ist, besteht entweder aus allen oberirdischen Theilen der Pflanze oder vorwiegend aus Blättern.

Das getrocknete Kraut liefert 0.7—0.9 p. c. ätherisches Oel.

984. — **Thymian.** — Die getrockneten, beblätterten, Blüthen tragenden Zweige von Thymus vulgaris.

Gehalt an ätherischem Oel : bis 2.5 p. c.

985. — **Vanille.** — Die nicht völlig ausgereiften Kapselfrüchte von Vanilla planifolia.

Bestimmung des Vanillins. — 3—5 gr. zerkleinert und innig mit ausgewaschenem Sande gemischt, werden mit Aether ausgezogen. Das gelöste Vanillin wird mittels einer Mischung von Natriumbisulfitlauge und gleichen Theilen Wasser durch wiederholtes Auschütteln aufgenommen. Die wässerige Natriumbisulfitlösung wird mittels verdünnter Schewefelsäure zersetzt und nach Beseitigung der schwefligen Säure wieder mit Aether ausgeschüttelt, um das Vanillin zu lösen. Diese ätherische Lösung hinterlässt beim Verdunsten bei nicht zu hoher Temperatur (40—50°) das Vanillin, welches für die Wägung im Exsikkator getrocknet wird.

ESSIG.

986. — Das durch die Essiggährung aus alkoholischen Flüssigkeiten oder durch Verdünnung von Essigsprit mit Wasser gewonnene Genussmittel.

Essigsorten nach der Abstammung: Branntweinessig (Spritessig, Essigsprit), Weinessig, Obst- und Obstweinessig, Bieressig, Malzessig, Stärkezuckeressig und Honigessig.

Man begegnet im Handel auch der Essigessenz (aus den Erzeugnissen der trockenen Destillation des Holzes hergestellt), sowie dem daraus durch Verdünnung gewonnenen Essig.

Verfälschungen des Essigs : Zusatz von Wasser, von freien Mineralsäuren (Schwefelsäure, Salzsäure) und organischen Säuren (Oxalsäure), von scharf schmeckenden Stoffen pflanzlicher Natur; Zufällige Verunreinigung mit giftigen Metallsalzen (aus den Aufbewahrungsgefässen).

Als krankhafte Veränderungen sind Pilzbildungen und das Kahmigwerden zu erwähnen. Häufig treten in den durch Gährung gewonnenen Essigsorten die sogenannten Essigälchen (Anguillula oxoophila) auf. In dem aus verdünnter Es-

siggessenz hergestellten, extrakthaltigen Speiseessig können gleichfalls Essigälchen vorkommen.

987. — *Beurtheilung.* — Speiseessig soll im Allgemeinen 3.5 p. c., keinesfalls unter 3 p. c. Essigsäure enthalten.

Derselbe soll klar und durchsichtig sein. Durch Essigälchen getrübter oder mit Pilzwucherungen bedeckter Essig ist zu beanstanden.

Speiseessig darf keine giftigen Metalle, keine scharfschmeckenden Stoffe, keine Holztheerbestandtheile (Phenole, Kreosot u. s w.), keine freien Mineralsäuren enthalten.

Essig muss frei von Konservirungsmitteln sein, wenn nicht die Bezeichnung einen besonderen Hinweis auf solche enthält.

Die Bestandtheile des Essigs sind in Gewichtsprocenten auszudrücken, d. h. es ist anzugeben, wie viel Gramm der einzelnen Bestandtheile in 100 gr. Essig enthalten sind.

988. — *Bestimmung des Säuregehaltes.* — 20 c.c. werden mit einer Normalalkalilauge bis zur Sättigung titrirt. Bei stärker gefärbtem Essig wird der Sättigungspunkt durch Tüpfeln auf empfindlichem violettem Lackmuspapier festgestellt. Die Säure des Essigs ist auf Essigsäure zu berechnen.

989. — *Qualitative Prüfung auf freie Mineralsäuren* (Nachweis von freier Schwefelsäure und Salzsäure). — 20—25 c.c. des bis auf etwa 2 p. c. Essigsäuregehalt verdünnten Essigs werden mit 4—5 Tropfen Methylviolettlösung versetzt (0.1 gr. Methylviolett 2 B in 1 l. Wasser). Eintretende Grün- oder Blaufärbung zeigt Mineralsäuren an.

990. — *Quantitative Bestimmung der freien Mineralsäuren.* — 20 c.c. werden mit Normalalkalilauge genau neutralisirt, auf etwa den zehnten Theil eingedampft, mit einigen Tropfen der oben erwähnten Methylviolettlösung versetzt, wenn nöthig bis auf etwa 3—4 c.c. mit Wasser verdünnt, zum Sieden erhitzt und heiss mit Normalschwefelsäure bis zum Farbenübergange titrirt.

991. — *Prüfung auf Schwermetalle* (Kupfer, Blei, Zinn, Zink). — 200—500 c.c. werden verdampft; der Rückstand wird bei extraktarmen Sorten mit Salzsäure aufgenommen. bei extraktreichen unter Zusatz von etwas Soda und Salpeter verascht und die Asche vorsichtig in Salzsäure aufgelöst. In der salzsauren Lösung erfolgt der Nachweis und die Bestimmung der Schwermetalle nach den Regeln der Mineralanalyse.

992. — *Bestimmung von Oxalsäure.* — Durch Gipslösung.

993. — *Bestimmung des Alkohols.* — Von 500 c.c. des neutralisirten Essigs werden 200 c.c. abdestillirt. Von diesen destillirt man nochmals nahezu 100 c.c. ab und bestimmt im Destillate, nach der Abkühlung desselben auf 15° und Auffüllung auf 100 c.c., den Alkohol in der üblichen Weise durch Ermittelung des spec. Gewichtes.

Eine qualitative Prüfung auf Alkohol durch Ausführung der Jodoformreaktion ist empfehlenswerth.

994. — *Nachweis und Bestimmung von Konservirungsmitteln* (Salicylsäure, Benzoësäure, Borsäure, Formaldehyd). — Nach N^rn 857, 860, 861, 862.

Hierbei ist zu beachten, dass Essig, der frei von Formaldehyd ist, eine schwache Formaldehydreaktion geben kann.

995. — *Ermittlung der Abstammung des Essigs.* — Branntweinessig enthält nur wenig Extrakt und wenig Asche von neutraler oder schwach alkalischer Reaktion; er kann Alkohol und Aldehyd enthalten.

Wein-, Obst-, Bier- und Malzessig enthalten stets erheblich mehr Extrakt und Asche, die alkalisch reagirt und Kali sowie Phosphorsäure aufweist; sie können auch Aldehyd und Alkohol enthalten. Im Weinessig sind gewöhnlich Weinstein, kleine Mengen Glycerin und mitunter freie Weinsäure enthalten; der Obstessig enthält gewöhnlich Aepfelsäure; der Bier-,

Malz- und Stärkezuckeressig, Dextrin. Im Bier- und Malzessig finden sich auch gelöste Proteïnstoffe bezw. Amide.

Das aus koncentrirter Essigsäure (Essigessenz) hergestellte Erzeugniss kann kleine Mengen von Holztheerbestandtheilen (Phenole, Kreosot u. s. w.) enthalten.

Zur Unterscheidung des Gährungsessigs von dem aus Essigsäure (Essigessenz) hergestellten Präparate, kann die mikroskopische bezw. bakteriologische Untersuchung mit herangezogen werden.

Die Bestimmung des Extraktgehaltes, des Weinsteines, der freien Weinsäure, des Glycerins, der Aepfelsäure, des Dextrins, der Mineralbestandtheile, des Kalis und der Phosphorsäure erfolgt wie im Weine. Phenole können durch Prüfen des ätherischen Essigauszuges mit Bromwasser, das mit den Phenolen unlösliche Verbindungen giebt, erkannt werden. Auf Holztheerbestandtheile prüft man mit einer 0.1 p. c. igen wässerigen Kaliumpermanganatlösung, die durch diese Stoffe in der Kälte rasch reducirt wird.

ZUCKER.

Rohrzucker (Rübenzucker).

996. — Die festen Rübenrohzucker theilt man ein in Ersterzeugnisse und Nacherzeugnisse. Die im Betriebe gewonnenen flüssigen Zucker werden als Abläufe bezeichnet. Der letzte Ablauf, aus welchem kein Zucker durch Krystallisation mehr gewinnbar ist, führt den Namen Melasse. Durch chemische Verfahren werden daraus noch die sogenannten Melassezucker hergestellt, welche neben Saccharose häufig die höher polarisirende Raffinose enthalten.

Rohzucker, erstes Erzeugniss, weist 94—98 Polarisation (Saccharose) auf, sowie 0.7—2.5 p. c. Wasser, 0.5—1.6 p. c. Asche. Nacherzeugnisse zeigen 87—96 Polarisation, 1.3—4 p. c. Wasser, 1.2—3.5 p. c. Asche.

Der aus dem Rohzucker hergestellte Verbrauchszucker

kommt in mannigfachen Formen in den Handel : Brot- und Hutzucker, Würfelzucker, Pilé, Cubes, Krystallzucker, gemahlene Zucker, Granulated oder Sandzucker, Kastorzucker, Puderzucker, Farine, Bastardzucker.

Raffinirter Zucker in grossen, eigens gezüchteten Krystallen heisst Kandis.

Die Sirupe des Handels sind entweder sorgfältig durch Filtration gereinigte Abläufe von Kandisfabriken, Melasseentzuckerungen, Raffinerien, selten von Rohzuckerfabriken, oder Gemische dieser Sirupe mit Stärkezuckersirup.

Invertirte reine Raffinade kommt als flüssiger Invertzucker oder flüssige Raffinade in den Handel. Solche invertzuckerhaltigen Lösungen finden sowohl in der Likörfabrikation, als besonders auch zur Herstellung von Kunsthonig und zum Verschnitt von Naturhonig Verwendung.

997. — *Verfälschungen.* — Die Verwendung von Stärkezucker bei Herstellung zuckerhältiger Speisesirupe gilt nicht als Verfälschung.

Zur Abtönung der gelben Farbe des Zuckers findet häufig ein Zusatz von Ultramarin statt, welcher nicht als Verfälschung gilt.

998. — *Zuckerbestimmung.* — *a*) In der Raffinade und Rohzucker. — Man bestimmt die Polarisation unter Benutzung der Anleitung welche sich in Anlage C der Ausführungsbestimmungen zum Deutschen Zuckersteuergesetz vom 27. Mai 1896 abgedruckt findet.

b) In Sirupen und Melassen. — Nach Anlage A der Ausführungsbestimmungen, unter Anwendung des halben Normalgewichtes Substanz.

c) Neben Raffinose. — Eingehende Vorschriften über das einzuschlagende Verfahren finden sich in Anlage B der Ausführungsbestimmungen.

d) Neben Stärkezucker. — Man bedient sich hierzu der Clerget-Herzfeld'schen Vorschrift in der Abänderung der

Anlage B der Ausführungsbestimmungen und benutzt bei der Berechnung des Ergebnisses die Formel :

$$\text{Zucker} = \frac{100 \times S}{142.66 - \frac{t}{2}}$$

wo S die Summe von Rechts- und Linksdrehung bedeutet.

e) Neben Milchzucker (in der kondensirten Milch). — Nach den Vorschriften der Anlage der Ausführungsbestimmungen.

999. — *Ermittelung des Wassergehaltes.* — Nur die Saccharose, sowie Milchzucker, Maltose und Raffinose beim Trocknen bei höherer Temperatur genügende Beständigkeit besitzen, um eine genaue Wasserbestimmung ausführen zu können. Invertzucker und Glukose sind dagegen bei höherer Temperatur leicht zersetzlich. Rübenrohzucker und Sirupe sind in der Regel frei von Invertzucker, während die Kolonialerzeugnisse aus Zuckerrohr solchen oft in grosser Menge enthalten.

Die Wasserbestimmung ist nicht durch Trocknen bei 100°, sondern bei mindestens 105—110° vorzunehmen.

a) In Raffinade und Rohzucker. — Man wendet hierzu 10 gr. an

b) In Sirupen und Melassen. — 2 bis höchstens 3 gr. werden mit Sand in grossem Ueberschuss gemischt.

1000. — *Aschenbestimmung.* — Die Asche eines Rübenzuckers enthält neben wenig Natronsalzen hauptsächlich Kalisalze, und zwar vorzugsweise Karbonate der Alkalien.

Die Asche des Rohrzuckers ist etwas reicher an Silikaten als die Rübenzuckerasche.

Wegen der bekannten Flüchtigkeit der Alkalikarbonate ist die Veraschung unter Zusatz von koncentrirter Schwefelsäure eingeführt worden. Andererseits wirkt die Schwefelsäure oxydirend auf die sehr schwer verbrennbare Zuckerkohle,

wodurch der Veraschungsvorgang erheblich beschleunigt wird. Es ist zu achten, dass bei Herstellung der Zuckerasche die Temperatur von 650—700° nicht überschritten wird. Die erhaltene Asche soll neutral reagiren und pulverförmig, niemals aber geschmolzen sein.

Von der gewogenen Asche wird 1/10 abgezogen.

a) In Raffinade. — Man verwendet hierzu 10 gr. Substanz.

b) In Rohzucker, Sirupen und Melassen. — Man verwendet hierzu 3 gr. Substanz.

1001. — *Bestimmung des specifischen Gewichts* (bei Sirupen und Melassen). — Sie erfolgt nach der Vorschrift der Anlage A der Ausführungsbestimmungen zu dem Deutschen Zuckersteuergesetz, sofern nicht besondere Gründe vorliegen, das specifische Gewicht des unverdünnten Sirups zu kennen. Im letzteren Falle wird es direkt im Pyknometer ermittelt und in Brixgrade umgerechnet.

Stärkezucker und Stärkesirup.

1002. — In Deutschland werden beide fast ausschliesslich aus Kartoffelstärke durch Kochen mit Säuren (meist Salzsäure oder Schwefelsäure), durch Neutralisation mit Kreide, Filtration über Knochenkohle und Eindicken im Vakuum auf 42 bis 44° Bé. hergestellt.

In den übrigen europäischen Ländern ist ebenfalls die Kartoffelstärke der Hauptrohstoff (seltener Reisstärke bezw. Reisstärkeabfälle) mit Ausnahme von England, wo, wie in Amerika, die Maisstärke an ihre Stelle tritt.

Der Wassergehalt des Stärkezuckers und Stärkesirups schwankt zwischen 15—20 p. c.

Der Dextrosegehalt — durch direkte Reduktion bestimmt — beträgt bei Stärkesirup 35—45 p. c., im Mittel 40 p. c.; bei Stärkezucker 65—75 p. c., im Mittel 70 p. c.

Der Rest ist Dextrin, bezw. zum Theil Reversionsstoffe beim Stärkezucker. Die Menge dieser Stoffe — aus der

Reduktion nach der Inversion und der direkten Reduktion bestimmt — beträgt bei Stärkesirup rund 40 p. c., bei Stärkezucker 5—15 p. c.

Der Aschengehalt der Stärkezucker bezw. Stärkesirupe beträgt bei Kochung mit Schwefelsäure 0.2—0.32, bei den mit Salzsäure gekochten Sirupen 0.5—0.7 p. c.

Sirupe enthalten meist auch geringe Mengen freier Säure, und zwar auf 100 gr. Sirup 0.25 bis 2.00 c.c. Normalnatronlauge entsprechend.

Es ist auch zeitweilig in Deutschland Dextrosehydrat hergestellt worden, ein gekörntes Erzeugniss mit 15 p. c. Wasser und sehr geringen Mengen von Nichtzucker und Aschenbestandtheilen. Dextroseanhydrid kommt in England und Amerika als « anhydrous grape sugar » vor.

1003. — *Wasserbestimmung.* — Von einer Lösung, welche 10 gr. Stärkezucker bezw. sirup in 100 gr. enthält, werden 5 c.c. gewogen, und bei 105° bis zur Gewichtskonstanz — etwa 3 Stunden — getrocknet.

1004. — *Zucker- bezw. Dextrinbestimmung.* — 1. Chemisch : Von der 10 p. c. igen Lösung werden 25 c.c. auf 250 c.c. verdünnt und in 25 c.c. dieser Lösung der reducirende Zucker bestimmt. 50 c.c. der 10 procentigen Lösung werden invertirt und der reducirende Zucker bestimmt. Die Differenz zwischen den beiden Dextrosemengen ist mit 9/10 multiplicirt.

2. Durch Gährung — vorläufig vergleichsweise — : 50 gr. werden gelöst, auf 500 gr. verdünnt und der Extraktgehalt bestimmt. Dann werden 300 gr. Lösung mit Reinhefe bei 30° vergohren, bis keine Gewichtsabnahme mehr stattfindet — etwa 3 Tage. — Die Flüssigkeit wird abfiltrirt, 250 gr. davon auf etwa 1/3 eingedampft, wieder auf 250 gr. aufgefüllt und wie oben der Extraktgehalt bestimmt. Die Differenz der Extraktgehalte vor und nach der Gährung giebt mit 10 multiplicirt den Zuckergehalt in Procenten an.

1005. — *Bestimmung des Säuregehaltes.* — 100 gr. werden mit Wasser gelöst und mit Normalnatronlauge titrirt.

1006. — *Bestimmung des Aschengehaltes.* — 10 gr. werden verascht.

ZUCKERWAAREN.

1007. — Eine Reihe von Nahrungs- und Genussmitteln, die aus Zucker aller Art unter Mitverwendung von Mehl, Stärke, Milch, Eiern, Fett, Honig, Kakao, Chokolade, essbaren Samen und Früchten, Fruchtsäften, Gelatine, Traganth, Gewürzen, ferner von alkoholischen Getränken, Fruchtäthern und -Essenzen, ätherischen Oelen, organischen Säuren u. s. w. hergestellt werden.

Sie lassen sich in mehrere Gruppen eintheilen :

a) Konfekte und zwaar Marzipan und aus essbaren Massen hergestellte plastische Nachbildungen von allerlei Tafelverzierungen;

b) Bonbons (Zuckermassen) : Dessertbonbons (Fondants, Pralinés), Karamelbonbons (Karamellen), Gerstenzucker, Bonbons mit Füllungen von Marmeladen, Früchten, Likören, Fruchtsäften,- Aethern,- Essenzen und Chokolade; Morsellen, Plätzchen und Zeltchen aus Zucker und Chokolade, Pastillen, u. s. w.;

c) Kandirte Früchte und Dragées : Erstere sind mit Zucker durchtränkte oder überzogene Früchte; letztere sind mit Zucker oder einer Mischung von Zucker, Stärkemehl und Traganth überzogene Bonbonmassen oder aromatische Samen und Fruchtkerne;

d) Gefrorenes (Speiseeis), Crèmes und Sülzen.

1008. — *Verfälschungen, zufällige Verunreinigungen und freiwillige Veränderungen.* — *a*) Zusätze von mineralischen Stoffen zur Vermehrung des Gewichtes : Schwerspath, Gyps, Kreide, Pfeifenerde, Infusorienerde, Sand;

b) Färbemittel zum äusseren Bemalen und zum Färben der Masse. — Als Metallfarben sind bisweilen gefunden, kommen jedoch kaum mehr in Betracht : Bleichromat, Mennige, Grünspan Schweinfurter Grün, Smalte (arsenhaltig), Mineralblau, Königsblau, Bremerblau (kupferhaltig), Neapelgelb (bleihaltig), Auripigment (Schwefelarsen), Zinnober, Bleiweiss, Zinkweiss, roher Spiessglanz. Ferner sind zu berücksichtigen : arsenhaltige Theerfarbstoffe, Korallin, Pikrinsäure, Gummigutti, Florentiner Lack (arsenhaltig) ;

c) Verunreinigungen durch gesundheitsschädliche Metalle. — Blei, Zink und sonstige schädliche Metallverbindungen finden sich mitunter in der Masse der Zuckerwaaren vor, besonders bei den Schaumbäckereien, infolge Verwendung von blei- und zinkhaltiger weisser Gelatine, bezw. weissen Leimes an Stelle von Eiweiss. Aus den Herstellungsgeräthen kann auch Kupfer in die Zuckerwaaren gelangen. Unechtes Blattgold und bleihaltige Zinnfolie werden bisweilen als Verzierung auf Zuckerwaaren (besonders auf Weihnachtsbaum-Zuckerwerk) angetroffen ;

d) Ersetzen eines Theiles des Zuckers durch künstliche Süssstoffe, wie Saccharin, Dulcin, sowie des Honig durch Stärkesirup bei solchen Waaren, welche als mit Honig hergestellt bezeichnet sind, z. B. Honigkuchen ;

e) Verwendung gesundheitsschädlicher Aromastoffe, z. B. Nitrobenzol an Stelle von Bittermandelöl ;

f) Die Verpackungsstoffe können die in dem Gesetze vom 5. Juli 1887, betr. die Verwendung gesundheitsschädlicher Farben bei der Herstellung von Nahrungsmitteln, etc., genannten Farbstoffe enthalten ;

g) Die Zuckerwaaren können verdorben und in Zersetzung übergegangen sein.

1009. — *Beurtheilung.* — 1. Die Zuckerwaaren sollen nicht durch mineralische Zusätze beschwert sein.

2. Sie sollen frei sein von gesundheitsschädlichen Metallverbindungen.

3. Zuckerwaaren dürfen gesundheitsschädliche Farbstoffe anorganischer und organischer Natur nicht enthalten.

4. Sie dürfen nicht mit Umhüllungen versehen sein, welche den Bestimmungen des Reichsgesetzes nicht entsprechen.

5. Zuckerwaaren sollen frei von künstlichen Süssstoffen sein, wenn deren Vorhandensein nicht ausdrücklich angegeben ist.

6. Verdorbene und in Zersetzung übergegangene Zuckerwaaren sind zu beanstanden.

1010. — *Bestimmung der Mineralstoffe* — Nach Nr 852.

1011. — *Nachweis und Bestimmung von Mineralfarben und gesundheitsschädlichen Metallen.* — Für die Untersuchung auf *Arsen* und *Zinn* ist die Bekanntmachung des Reichskanzlers vom 10. April 1888 massgebend.

20 gr. sind mit 25 c.c. Salzsäure von 1.10—1.12 sp. Gew. und 75 c.c. Wasser zu versetzen.

Man setzt 0.5 gr. chlorsaures Kalium hinzu, bringt auf ein Wasserbad, fügt von 5 zu 5 Minuten weitere kleine Mengen von chlorsaurem Kali zu, bis die Flüssigkeit hellgelb, gleichförmig und dünnflüssig geworden ist, und dann nochmals 0.5 gr. chlorsaures Kalium hinzu. Nach Erkalten bringt man auf ein Filter, lässt die Flüssigkeit ablaufen und erhitzt sie auf dem Wasserbade, bis der Geruch nach Chlor nahezu verschwunden ist. Das Filter sammt dem Rückstande wäscht man mit heissem Wasser aus, verdampft das Waschwasser bis auf etwa 50 c. c. und vereinigt mit dem Hauptfiltrate.

Man leitet durch die auf 60 bis 80° erwärmte Flüssigkeit 3 Stunden lang einen Strom von Schwefelwasserstoffgas, lässt unter fortwährendem Einleiten des Gases erkalten und stellt mindestens 12 Stunden an einen mässig warmen Ort.

Ist ein Niederschlag entstanden, so ist derselbe mit Schwefelammonium zu behandeln. Den verbleibenden Rückstand wäscht man aus und verdampft das Filtrat und das Waschwasser bis zur Trockene. Das Zurückbleibende übergiesst man mit etwa 3 c.c. Salpetersäure und dampft dieselbe ab.

Man versetzt den Rückstand mit kohlensaurem Natrium, bis die Masse stark alkalisch reagirt, fügt 2 gr. eines Gemenges von 3 Theilen kohlensaurem mit 1 Theil salpetersaurem Natrium hinzu und mischt. Die Masse wird getrocknet und bis zum beginnenden Schmelzen erhitzt.

Die Schmelze weicht man mit Wasser auf und filtrirt. Ist Zinn zugegen, so befindet sich dieses nun im Rückstande während das Arsen im Filtrat enthalten ist.

Zum Nachweise des Arsens vermischt man die mit Salpetersäure angesäuerte, durch Erwärmen von Kohlensäure und salpetriger Säure befreite, darauf wieder abgekühlte, klare Lösung, mit etwa gleichem Raumtheile einer Auflösung von molybdänsaurem Ammonium in Salpetersäure und lässt zunächst 3 Stunden ohne Erwärmen stehen.

Die klare Flüssigkeit erwärmt man auf dem Wasserbade. Ist Arsen vorhanden, so entsteht ein gelber Niederschlag. Man giesst die Flüssigkeit von dem Niederschlage ab, wäscht diesen zweimal mit kleinen Mengen einer Mischung von 100 Theilen Molybdänlösung, 20 Theilen Salpetersäure von 1.2 sp. Gew. und 80 Theilen Wasser aus, löst ihn dan unter Erwärmen in 2 bis 4 c.c. wässeriger Ammonflüssigkeit von etwa 0.96 sp. Gew., fügt etwa 4 c.c. Wasser hinzu, setzt 1/4 Raumtheil Alkohol und dann 2 Tropfen Chlormagnesium-Chlorammoniumlösung hinzu. Das Arsen scheidet sich als arsensaures Ammonium-Magnesium ab, welches abzufiltriren und mit einer möglichst geringen Menge einer Mischung von 1 Theil Ammoniak, 2 Theilen Wasser und 1 Theil Alkohol auszuwaschen ist.

Man löst alsdann den Niederschlag in einer möglichst kleinen Menge verdünnter Salpetersäure, verdampft die Lösung bis auf einen ganz kleinen Rest und bringt einen Tropfen auf ein Porzellanschälchen, einen anderen auf ein Objektglas. Zu ersterem fügt man einen Tropfen einer Lösung von salpetersaurem Silber, dann vom Rande aus einen Tropfen wässeriger Ammonflüssigkeit von 0.96 sp. Gew.; ist Arsen vorhanden, so muss sich in der Berührungszone ein rothbrauner Streifen von arsensaurem Silber bilden. Den Tropfen

auf dem Objektglase macht man mit einer möglichst kleinen Menge wässeriger Ammonflüssigkeit alkalisch; ist Arsen vorhanden, so entsteht ein Niederschlag von arsensaurem Ammonmagnesium, der, unter dem Mikroskope betrachtet, sich als aus spiessigen Kryställchen bestehend erweist.

Zum Nachweise des Zinns ist das Zinnoxyd enthaltenden Filterchen zu trocknen, einzuäschern und zu wägen. Man bringt in ein Porzellanschiffchen, schiebt dieses in eine Röhre welche vorn zu einer langen Spitze ausgezogen ist, und erhitzt in einem Strom Wasserstoffgases. Man lässt erkalten, bringt wenige Tropfen Salzsäure von 1.10 bis 1.12 sp. Gew., leitet einen langsamen Strom Wasserstoff und erhitzt ein wenig. Es löst sich das Zinn zu Zinnchlorür. Man lässt im Wasserstoffstrom erkalten und prüft Tropfen der erhaltenen Lösung auf Zinn mit Quecksilberchlorid, Goldchlorid und Schwefelwasserstoff.

Bleibt beim Behandeln des Schiffcheninhaltes ein schwarzer Rückstand, der in Salzsäure unlöslich ist, so kann derselbe Antimon sein.

Zum Nachweise und zur Bestimmung *anderer mineralischer Beimengungen* zerstört man die organische Substanz mit Kaliumchlorat und Salzsäure, unter Umständen auch mit koncentrirter Schwefelsäure oder rauchender Salpetersäure und verfährt im Uebrigen nach den Regeln der Mineralanalyse.

1012. — *Nachweis von Theerfarbstoffen.* — Die Theerfarbstoffe werden mit Amylalkohol, Aether, Alkohol oder einem anderen geeigneten Lösungsmittel ausgezogen. Bei der weiteren Prüfung der abgesonderten Farbstoffe verfährt man in ähnlicher Weise wie bei der Untersuchung der aus dem Weine abgeschiedenen Farbstoffe. Zum Nachweise von Dinitrokresolkalium (Safransurrogat) und Pikrinsäure kann man sich folgender Verfahren bedienen.

Dinitrokresolkalium. — Man zieht den Farbstoff mit Alkohol aus, verdampft den Alkohol und erwärmt den Rückstand mit einigen c.c. 10 p. c. -iger reiner Salzsäure.

Das Dinitrokresolkalium wird hierdurch nach einigen Minuten entfärbt, während Pikrinsäure sofort ihre Farbe verliert. Wird dann in die erkaltete Flüssigkeit ein Stückchen Zink geworfen und, ohne zu erwärmen, stehen gelassen, so erscheint nach höchstens zwei Stunden der Inhalt hellblutroth, wenn Dinitrokresolkalium, schön blau, wenn Pikrinsäure zugegen war.

Pikrinsäure. — Der mit Alkohol, Aether oder Amylalkohol hergestellte Auszug wird zunächst auf seinen Geschmack geprüft : Pikrinsäure schmeckt stark bitter. Seide und Wolle werden durch Pikrinsäure schön gelb gefärbt. Mit Kaliumhydroxyd und Cyankalium giebt Pikrinsäure eine blutrothe Färbung (Isopurpursäure); auch nach Zusatz von Traubenzucker und Alkohol tritt eine rothe Färbung auf.

FRUCHTSÄFTE UND GELÉES

EINSCHLIESSLICH DES OBSTKRAUTES, DER MARMELADEN, PASTEN UND LIMONADEN.

1013. — Sie bestehen sämmtlich aus dem Safte von Früchten oder Fruchttheilen oder aus zerquetschten oder zerkochten Früchten mit oder ohne Zusatz von Zucker.

1014. — *Verfälschungen.* — Gesundheitsschädliche Metalle (Blei, Kupfer, Zinn, Zink), Zusätze von Konservirungsmitteln (Salicylsäure, Benzoësäure, Borsäure, schwefliger Säure u. s. w.), organischen Säuren (Weinsäure, Citronensäure), Stärkezucker, Stärkesirup, künstlichen Aromastoffen, fremden Farbstoffen, künstlichen Süssstoffen, ferner Zusätze von gelatinirenden Mitteln (Gelatine, Agar-Agar u. s. w.) zu Gelées und von Schaum erzeugenden Mitteln (Saponin) zu Brauselimonaden; letztere werden nicht selten ganz aus künstlichen Essenzen hergestellt.

1015. — *Veränderungen.* — Uebergang in Gährung, Auskrystallisiren von Zucker, Schimmelbildung.

Bei Gelées kommt auch Dünnflüssigwerden vor.

Stark eingekochte Erzeugnisse (Marmeladen) können auch angebrannt sein.

1016. — *Beurtheilung.* — *a*) Die Anwesenheit gesundheitsschädlicher Metalle und die Anwendung künstlicher Süssstoffe ist unstatthaft;

b) In den zum Verkauf gelangenden Fruchtsäften u. s. w. sind Konservirungsmittel unstatthaft. Hierbei ist zu beachten, dass viele Früchte einen kleinen natürlichen Borsäuregehalt haben, dass in den Himbeeren Stoffe vorhanden sind, die eine ähnliche Reaktion mit Eisenchlorid wie Salicylsäure geben, und dass die Preisselbeeren einen natürlichen Benzoësäuregehalt aufweisen;

c) Ein Zusatz von organischen Säuren, Stärkezucker, Stärkesirup, künstlichen Aromastoffen und fremden Farbstoffen zu Fruchtsäften, Gelées, Marmeladen und Pasten, die als rein bezeichnet oder mit dem Namen einer bestimmten Fruchtart belegt sind, ist unstatthaft. Bei den als « Obstkraut » bezeichneten Erzeugnissen soll auch ein Zusatz von Rohrzucker deklarirt werden;

d) Ein Zusatz von gelatinirenden Stoffen ist nur bei Gelées aus solchen Früchten statthaft, deren Saft bei geeignetem Einkochen mit Zucker nicht von selbst gallertartig erstarrt; bei Himbeer-, Johannisbeer-, Apfelgelée u. s. w. und auch bei Gelées mit der allgemeinen Bezeichnung « Fruchtgelée » oder dergl. ist ein Zusatz gelatinirender Mittel zu deklariren;

e) Wenn Limonaden und Brauselimonaden die Bezeichnung einer bestimmten Frucht führen, z. B. als Himbeer-, Erdbeer-Limonade oder -Brauselimonade bezeichnet sind, so gelten dafür die unter *c*) angegebenen Bestimmungen.

1017. — Die *Wasserbestimmung* lässt sich durch Ermittelung der Trockensubstanz ausführen. Ist Alkohol vorhanden,

so ist derselbe von der Summe der flüchtigen Bestandtheile in Abzug zu bringen.

1018. — Die *organische Substanz* ergiebt sich aus der Trockensubstanz nach Abzug der Mineralstoffe.

1019. — Die *Bestimmung der Mineralbestandtheile* und einzelner Mineralstoffe (Phosphorsäure, Kali etc.) erfolgt nach den « Allgemeine Untersuchungsmethoden » (Nr 852).

1020. — Die *Zuckerbestimmung* gestaltet sich folgendermassen :

Man bestimmt den reducirenden Zucker direkt und polarisirt die Lösung. Dann invertirt man den Zucker und bestimmt aufs Neue den reducirenden Zucker und die Drehung. Führen beide Bestimmungsweisen zu annähernd demselben Ergebnisse, so sind ausser Rohr- und Invertzucker keine anderen Zuckerarten und überhaupt keine löslichen Kohlenhydrate vorhanden. Weichen die Ergebnisse von einander ab und deutet die Polarisation auf die Gegenwart stark rechtsdrehender Stoffe hin, so ist in erster Linie an die Anwesenheit von Kapillärsirup zu denken. In diesem Falle ist die Bestimmung der Zuckerarten nach Nr 850, d, 5 auszuführen.

1021. — Die *Bestimmung der freien Säuren* erfolgt durch Titration mit Normallauge. Man drückt den Gehalt an freier Säure als Aepfelsäure aus. Bei Citronensaft berechnet man die Säure auf Citronensäure.

1022. — Der *Stickstoff* wird nach Kjeldahl bestimmt.

1023. — Die *Alkoholbestimmung* erfolgt, wenn nöthig, nach der Destillationsmethode wie bei Wein.

1024. — Die *Prüfung auf Konservirungsmittel* (Salicylsäure, Benzoësäure, Borsäure, schweflige Säure u. s. w.) erfolgt nach Nrn 857—862, bezw. für Salicylsäure Nr 896

angegebenen Verfahren. Hinsichtlich der Vorbereitung der Fruchtsäfte u. s. w., für die Prüfung empfehlen sich die beim Wein üblichen Verfahren.

1025. — *Prüfung auf künstliche Süssstoffe.* — Siehe im Abschnitt « Künstliche Süssstoffe ».

1026. — Die *Prüfung auf gesundheitsschädliche Schwermetalle* kann fast immer in der mit Vorsicht hergestellten Asche nach bekannten Verfahren erfolgen.

1027. — Zur *Prüfung auf künstliche Farbstoffe* sind die bei Wein in Vorschlag gebrachten Verfahren anzuwenden.

1028. — Zur *Bestimmung der Weinsäure* bezw. zur Entscheidung der Frage, ob freie Weinsäure vorhanden ist, bedient man sich des Verfahrens, das Halenke und Möslinger für Wein ausgearbeitet haben.

Der Nachweis der *Citronensäure* erfolgt nach dem Verfahren von W. Möslinger.

1029. — Nachweis von *Gelatine* und *Agar-Agar* in Gelées und Marmeladen.

1. Nachweis von Gelatine. — Die Gegenwart von Gelatine giebt sich durch einen höheren Stickstoffgehalt zu erkennen. Zur weiteren Prüfung fällt man eine koncentrirte Lösung der Gelées mit der zehnfachen Menge absoluten Alkohols und bestimmt den Stickstoffgehalt des getrockneten Niederschlages : bei Gegenwart von Gelatine ist der durch Alkohol erzeugte Niederschlag erheblich stickstoffreicher als bei Gelées ohne diesen Zusatz.

Ein anderes Verfahren zum Nachweis von Gelatine in Fruchtgelées beruht auf dem Umstande, dass Gelatine beim Eindunsten mit Formaldehyd in eine in Wasser unlösliche Substanz übergeführt wird.

2. Nachweis von Agar-Agar. — Agar-Agar wird aus Meeresalgen gewonnen und ist reichlich mit Diatomeen durchsetzt. Zum Nachweise dieses Gallertstoffes kocht man die Gelées mit 5-procentiger Schwefelsäure, fügt einige Krystalle Kaliumpermanganat hinzu und lässt absitzen. Bei Gegenwart von Agar-Agar sind in dem Bodensatze zahlreiche Arten von Diatomeen enthalten, die man mikroskopisch nachweisen kann.

1030. — *Botanisch-mikroskopische Untersuchung.* — Bei Marmeladen, namentlich solchen, welche mit Hülfe von Beeren hergestellt sind, ist es möglich, aus den vorhandenen Samen auf die Natur der Beeren einen Schluss zu ziehen, auch die vielfach übliche Zumischung von zerriebenen gelben und weissen Rüben, Tomatenmus u. s. w. nachzuweisen.

GEMÜSE- UND FRUCHTDAUERWAAREN.

1031. — Die nach einem der nachstehenden Verfahren für längere Zeit haltbar gemachten Gemüse und Früchte :

1. Das Eintrocknen und Pressen;
2. Die Sterilisirung nach Appert's Verfahren;
3. Das Einlegen, Einmachen mit Salz und Essig, letzteres vielfach unter Zusatz von scharfem Gewürz. Unter diese Gruppe fallen ferner diejenigen Gemüse, welche mit Kochsalz eingestampft werden und die einer gewissen Gährung unterliegen;
4. Das Ueberziehen oder Tränken mit Zucker, das sogenannte Kandiren der Früchte. Zu den kandirten Früchten gehören auch das bekannte Citronat und Orangeat.

1032. — *Verfälschungen, unerlaubte Zusätze und Verunreinigungen.* — 1. Verfälschungen : getrockneten echten Feld-Champignons (Agaricus campestris) mit minderwerthige oder gar giftige Agaricus Arten, trockenen Trüffeln mit

Kartoffelboviste beigemengt; Trüffeln mit gefärbter Erde; die künstliche Grünfärbung von Gemüse, z. B. die Grünfärbung von Erbsen mit Kupfersulfat. Der Zusatz von Kupfervitriol zu Gemüse bezw. das Kochen desselben in kupfernen Kesseln ist nicht zulässig.

Ausser Kupfersulfat dienen, zur Grünfärbung, Nickelsulfat und Ammoniak, sowie Methylenblau. Behufs Bleichens bedient man sich der Reduktionsmittel (z. B. löslicher Salze der schwefligen und unterschwefligen Säure, Schwefelalkalien etc.). Häufig wird auch in den getrockneten Aepfelschnitten ein Gehalt an Zink gefunden.

Zinc kann aus Böden in die Pflanzen übergehen, ferner beim Dörren des Obstes auf Zinkblechen oder auf verzinkten eisernen Horden gelangen; bei grösseren Mengen kann das Bestreuen der Aepfelschnitte mit Zinkoxyd in Betracht kommen.

2. Konservirungsmittel : schweflige Säure, Salicylsäure. Borsäure, Borate, etc.

3. Versüssungs-bezw. gleichzeitig Konservirungsmittel : Stärkezucker, künstliche Süssstoffe, wie Saccharin etc.

4. Verunreinigungen von den Einmachgefässen herrührend : Blei (von den Löthstellen), Kupfer, Zink und Zinn.

5. Schimmelbildung, Fäulniss, Gährungen; durch Käfer, Milben etc. schadhafte Veränderungen.

1033. — *Beurtheilung.* — Dauerwaaren in welchen bereits Fäulnissvorgänge eingetreten sind, auch verschimmelte oder durch Insekten angefressene Trockenfrüchte sind als verdorben zu beanstanden.

Die Färbung mit Theerfarbstoffen und mit an sich nicht unschädlichen Färbungsmitteln ist zu beanstanden; die mit unschädlichen Farbstoffen ist nur dan erlaubt, wenn dadurch der Dauerwaare keine bessere Farbe bezw. keine bessere Beschaffenheit ertheilt wird, als sie nach ihrer natürlichen Beschaffenheit besessen hat bezw. beanspruchen kann.

Metalle (wie Kupfer, Zink, Blei, Zinn) oder deren Verbindungen dürfen in einer Dauerwaare nicht vorkommen. Hierbei

ist jedoch zu berücksichtigen, dass geringe Mengen Kupfer und auch Spuren von Zink unter normalen Verhältnissen — herrührend aus dem Boden — in allen Pflanzen, auch in den Gemüsen und Früchten vorkommen können. Der künstliche Zusatz von löslichen Salzen oder Verbindungen dieser Metalle is nach den Farbengesetz vom 5. Juli 1887 nicht erlaubt.

Der Zusatz von Konservirungsmitteln mit Ausnahme von Kochsalz, Zucker und Essig ist zu beanstanden; wenigstens soll die Anwendung anderer Konservirungsmittel nur gegen Deklaration gestattet sein. Schweflige Säure ist auf alle Fälle zu beanstanden.

Die Verwendung von Saccharin oder sonstigen künstlichen Süssstoffen ist nach dem Gesetz vom 6. Juli 1898 verboten.

Die Verwendung von Stärkezucker und- sirup soll deklarirt werden.

1034. — *Nachweis von Konservirungsmitteln.* — Bezüglich des Nachweises von Borax, Borsäure, Salicylsäure, schwefliger Säure, Fluor und Formaldehyd sei auf N^rn 857—862 bezw. unter Milch N^r 896 verwiesen, ferner für Salicylsäure auch auf die amtliche Anweisung zur chemischen Untersuchung des Weines.

Die schweflige Säure kann man nach Zusatz von chemischreinem Zink und Salzäure an dem Auftreten von Schwefelwasserstoff erkennen.

1035. — *Nachweis von Metallen.* — *Blei* lässt sich unter Umständen in der Form von Bleikügelchen mittels der Lupe in den Büchsendauerwaaren erkennen. In den meisten Fällen ist man auf den chemischen Nachweis der Metalle angewiesen. Hierfür erfordert aber die Art der Veraschung die grösste Vorsicht.

Für den Nachweis und die Bestimmung von *Kupfer* kann man die Masse eintrocknen und veraschen, die Asche mit Salpetersäure ausziehen, die Lösung zur Trockne verdampfen, mit Salzsäure wieder aufnehmen und in diese Lösung Schefelwasserstoff einleiten, etc. Bei den anderen in Betracht kom-

menden Metallen, Blei, Zinn und Zink, empfiehlt sich die Verkohlung und Veraschung mittels reinster koncentrirter Schwefelsäure unter Zuhülfenahme von Salpetersäure. Die Trennung und Bestimmung dieser Metalle erfolgt in üblicher Weise.

1036. — *Nachweis von Färbungsmitteln* ausser Kupfer und Nickel. — Der Nachweis von Theerfarbstoffen kan nach Nr 869 erfolgen; der von sonstigen, oben genannten Färbungsmitteln geschieht in bekannter Weise.

1037. — *Bestimmung freier Säuren.* — 10-20 gr. Werden in Wasser vertheilt und aliquote Theile der Lösung mit titrirter Normallauge titrirt. Der befund ist als Acidität in c.c. der verbrauchten Normallauge auf 100 gr. Substanz anzugeben.

1038. — *Prüfung auf dextrinhaltigen Stärkezucker.* — Auf das Vorhandensein von Stärkezucker lässt sich aus der Polarisation und der Zuckerbestimmung vor und nach der Inversion schliessen. Für den Nachweis dextrinhaltigen Stärkezuckers dient die Vergährung wie bei Honig.

1039. — *Prüfung auf künstliche Süssstoffe.* — Vergl. den Abschnitt « Künstliche Süssstoffe ».

1040. — *Prüfung auf Beschaffenheit* (*Schimmel, Fäulniss, etc.* — Dieselbe erfolgt nach Nr 854 und durch mikroskopische Untersuchung sowohl der natürlichen wie der im Kulturkolben behandelten Substanz.

HONIG.

1041. — Honig ist der von den Arbeitsbienen aus den verschiedensten Blüthen aufgesaugte und in dem Honigmagen der ersteren verarbeitete Saft, welcher wieder in den Waben

(Wachszellen) zum Zwecke der Ernährung der jungen Brut abgeschieden wird.

Die Zusammensetzung des Honigs ist folgende :

Invertzucker	70—80	p. c.
Rohrzucker	bis zu 10	»
Dextrine	bis zu 10	»
Mineralstoffe	0.1—0.8	»
Nichtzucker	5	» u. mehr
darunter Ameisensäure	0.2	»
Stickstoffhaltige Bestandtheile	0.8	»
Wasser im Durchschnitt	20	»

1042. — *Verfälschungen und Veränderungen.* — Verfälschungen : Zusätzen von Wasser, Rohrzucker, Melasse, Invertzucker, Kunsthonig (Zuckerhonig), Stärkezucker, Stärkesirup und Dextrosezucker.

Veränderungen : alkoholische oder saure Gährung; Schimmelbildung.

1043. — *Beurtheilung.* — Wachspartikelchen können nicht beanstandet werden. Dasselbe gilt für das Auftreten der Pollenkörner.

Das specifische Gewicht der wässerigen Honiglösung 1 : 2 soll nicht unter 1,11 betragen, entsprechend 25 p. c. Wasser im Honig.

Reine Honige enthalten meistens 0.1—0.35 p. c. Mineralbestandtheilen. Honigthau vor Allem erhöht den Gehalt an Mineralbestandtheilen.

Die Honige sind mehr oder weniger stark linksdrehend, doch giebt es auch rechtsdrehende Honige, und zwar namentlich Koniferen- und Honigthauhonige.

Der Gehalt des Honigs an Rohrzucker soll 10 p. c. nicht überschreiten.

Enthält der Honig weniger als 1.5 p. c. Nichtzucker (Differenz von Gesammtzucker und Trockensubstanz), so ist auf Zusatz von künstlichem Invertzucker, Rohrzucker oder Dextrosezucker zu schliessen.

Beträgt die Rechtsdrehung der 10 p. c.-igen vergohrenen Honiglösung mehr wie + 3 Bogengrade bei Anwendung des 200 mm.-Rohrs, und giebt er die qualitativen Dextrinreaktionen, so ist der Honig als mit Glykose oder Stärkezucker versetzt zu bezeichnen. Dasselbe ist der Fall, wenn die nach dem Vergähren quantitativ ermittelte Dextrinmenge mehr als 10 p. c. beträgt.

1044. — *Specifisches Gewicht.* — 30 gr. werden in 60 gr. Wasser gelöst. Die Bestimmung des spec. Gewichtes dieser Lösung geschieht bei 15°.

1045. — *Bestimmung des Wassergehaltes.* — 5 gr. werden mit 25 gr. ausgeglühtem Quarzsand abgewogen, mit 10 c.c. Wasser vermischt und eingetrocknet. Das Austrocknen geschieht am besten im Vakuum bei 100°.

Der Wassergehalt kann auch bestimmt werden, indem man das specifische Gewicht einer ca. 10 p. c. igen unfiltrirten Lösung bei + 15° bestimmt und hieraus den Gehalt an Trockensubstanz nach den Tabellen feststellt.

1046. — *Aschenbestimmung.* — Unter Anwendung des Auslaugeverfahrens (siehe Nr 852).

1047. — *Polarisation.* — 10 gr. werden zu 100 c.c. in destillirtem Wasser gelöst. Diese Lösung wird mittelst Thonerdehydrat, oder durch Kieselguhr und Holzschliff, oder auch durch Zusatz von 3 c.c. Bleiessig und 2 c.c. gesättigter Natriumsulfatlösung geklärt, filtrirt und bei + 20° im Halbschattenapparat polarisirt (siehe Nr 850, I, *c*).

1048. — *Bestimmung des Invertzuckers.* — Nach Nr 850, I. *d*.

1049. — *Bestimmung des Rohrzuckers.* — 10 gr. werden in 100 c.c. heissen Wassers gelöst. Nach dem Erkalten fügt

man 50 c.c. Hefe-Invertinlösung (siehe Nr 850, I, *b*) hinzu und lässt die Mischung 2 Stunden lang zwischen 50 und 55° stehen. Hierauf findet die Invertzuckerbestimmung gewichtsanalytisch oder polarimetrisch statt. Die Differenz der Ergebnisse der Zuckerbestimmungen wird auf Rohrzucker berechnet.

1050. — *Bestimmung der Dextrose und Lävulose.* — Nach das kombinirte Titrirverfahren von Sachsse-Soxhlet (siehe Nr 850, I, *b*, 3).

Das Verhältniss zwischen Dextrose und Lävulose ist sehr schwankendes.

1051. — *Prüfung auf Stärkezucker, Stärkesirup, Dextrine u. dgl.* — 25 gr. werden in 200 c.c. einer Nährsalzlösung gelöst. Diese Lösung wird durch Kochen sterilisirt. Nach dem Erkalten werden 5 c.c. Weinhefe (Saccharomyces ellipsoïdeus) zugesetzt.

Die Flüssigkeit wird bei einer Temperatur von 20—25 gehalten bis die Gährung beendet ist, dann bei + 15° auf 250 c.c. aufgefüllt. mit Thonerde, nöthigenfalls mit 3 c.c. Bleiessig und 2 c.c. Natriumsulfatlösung geklärt und bei + 20° polarisirt. Zeigt der Gährungsrückstand eine erhebliche Rechtsdrehung, so ist er durch Alkoholfällung auf Dextrin zu prüfen.

1052. — *Bestimmung des Stickstoffes.* — Nach Kjeldahl (Nr 847).

1053. — *Bestimmung der freien Säure.* — 10 gr. werden in 50—100 c.c. Wasser gelöst. Die Menge der freien Säure wird mittelst 1/10-Normalkalilauge bestimmt und als Ameisensäure berechnet.

1054. — *Mikroskopische Untersuchung.* — 50 gr. werden in Wasser gelöst. Die Lösung wird filtrirt oder centrifugirt. Der Rückstand wird mikroskopisch untersucht.

KUNSTLICHE SÜSSSTOFFE.

1055. — Künstliche Süssstoffe im Sinne des Gesetzes vom 6. Juli 1898 sind alle auf künstlichem Wege gewonnenen Stoffe, welche als Süssmittel dienen können und eine höhere Süsskraft als raffinirter Rohr- oder Rübenzucker, aber nicht entsprechenden Nährwerth besitzen.

1056. — *Beurtheilung der mit künstlichen Süssstoffen gesüssten Nahrungs- und Genussmittel.* — Durch das Gesetz ist es verboten, künstliche Süssstoffe bei der gewerbsmässigen Herstellung von Bier, Wein oder weinähnlichen Getränken, von Fruchtsäften, Konserven und Likören, sowie von Zucker- oder Stärkesirupen zu verwenden, und Nahrungs- und Genussmittel der vorgedachten Art, welchen künstliche Süssstoffe zugesetzt sind, zu verkaufen oder feilzuhalten.

Andere unter Verwendung künstlicher Süssstoffe hergestellte Nahrungs- und Genussmittel dürfen nur unter einer diese Verwendung erkennbar machenden Bezeichnung verkauft oder feilgehalten werden.

1057. — *Saccharin.* — Dieser Süssstoff kommt theils als mehr oder weniger chemisch reines, schwer lösliches Benzoësäuresulfimid, $C_6H_4 < {CO \atop SO_2} > NH$, theils in Form eines leicht löslichen Natriumsalzes des Saccharins, auch im Gemisch mit doppeltkohlensaurem Natrium (in Pastillenform) unter verschiedenen Benennungen im Handel vor.

Um die Anwesenheit des Saccharins festzustellen, muss dieser Süssstoff zunächst durch Ausschütteln oder Ausziehen des Untersuchungsgegenstandes mit einem geeigneten Lösungsmittel (Aether, Alkohol, Benzin) in Lösung gebracht werden. Es ist zweckmässig, vor dem Ausschütteln oder Ausziehen mit Aether u.s.w. am besten mit Phosphorsäure anzusäuern, sofern nicht schon von vornherein saure Reaktion vorhanden ist.

Das nach dem Verdunsten des Lösungsmittels zurückbleibende Saccharin kann dann an seinem Geschmack erkannt werden. Diese Erkennung wird erschwert, wenn durch das Ausziehen mit Aether u. s. w. neben dem Saccharin auch andere stark schmeckende Stoffe, wie z. B. Bitterstoffe beim Bier, mit in Lösung gehen. In diesem Fall müssen entweder diese Stoffe in geeigneter Weise, z. B. durch Behandeln mit Kupfersulfat beseitigt oder das Saccharin durch Sublimation im luftverdünnten Raum von ihnen getrennt werden. Nicht immer wird man so viel Saccharin gewinnen, dass eine Bestimmung des Schmelzpunktes ausgeführt werden kann. Uebrigens kann man auch das Saccharin zur weiteren Feststellung entweder durch Schmelzen mit Aetznatron in Salicylsäure überführen und diese durch die Reaktion mit Eisenchlorid erkennen, oder durch Schmelzen mit Soda und Salpeter den Schwefel des Saccharins zu Schwefelsäure oxydiren und diese nachweisen.

1058. — *Dulcin.* — Das Dulcin oder Paraphenetolkarbamid, $C_2H_5O \,.\, C_6H_4 \,.\, NH \,.\, CO \,.\, NH_2$, hat bisher eine geringere Verbreitung als das Saccharin gefunden.

Zur Erkennung können, neben dem süssen Gesmack, die folgenden Reaktionen dienen :

a) Wird Dulcin mit wenig Wasser suspendirt, dazu eine salpetersäurefreie Lösung von Merkurinitrat (5—8 Tropfen) gegeben, und dann 8—10 Minuten im siedenden Wasserbade erhitzt, so tritt eine schwach violette Färbung auf, die auf Zusatz geringer Mengen von Bleisuperoxyd an Stärke zunimmt.

b) Wird Dulcin mit 3—4 Tropfen Phenol und koncentrirter Schwefelsäure kurze Zeit erhitzt, sodann mit Wasser verdünnt und Ammoniakflüssigkeit hinzugefügt, so zeigt sich an der Berührungsstelle der beiden sich nicht sofort mischenden Flüssigkeiten eine blaue Zone.

c) Wird Dulcin mit wässriger Natronlauge gemischt der Destillation unterworfen, so geht mit den Wasserdämpfen Phenetidin über, das durch Erhitzen mit Eisessig in Acetphe-

netidid oder Phenacetin übergeführt und als solches erkannt werden kann.

Um das Dulcin zu gewinnen, kann man diese mit Chloroform ausziehen oder ausschütteln und das Dulcin nach dem Verdunsten des Lösungsmittels durch eine der oben bezeichneten Reaktionen nachweisen.

1059. — *Glucin.* — Glucin, ein bisher nur wenig benutzter Süssstoff, ist das Natriumsalz eines Gemisches einer Mono- und Disulfosäure einer Verbindung, welche die Zusammensetzung $C_{19}H_{16}N_4$ haben soll.

In Aether und Chloroform ist Glucin unlöslich.

Wird Glucin in verdünnter Salzsäure gelöst, zu dieser Lösung unter Abkühlen eine Natriumnitritlösung gesetzt, und die so gewonnene Lösung mit einer alkalischen Lösung von α-Naphtol versetzt, so entsteht eine rothe Färbung, mit Resorcin oder mit Salicylsäure, gleichfalls in alkalischer Lösung, eine hellgelbe Färbung.

BRANNTWEINE UND LIKÖRE.

1060. — Die Branntweine sind alkoholische Getränke, die durch Destillation alkoholhaltiger Flüssigkeiten gewonnen werden. Je nachdem sie im Wesentlichen nur das so erhaltene Destillationserzeugniss oder ein Gemisch desselben mit Pflanzenauszügen, ätherischen Oelen und in vielen Fällen Zucker darstellen, unterscheidet man die eigentlichen Branntweine mit meist hohem Alkoholgehalt und nur geringen Extraktmengen von den Likören, welche ihrerseits wieder in die eigentlichen Liköre, gekennzeichnet durch höheren Zuckergehalt, und die Bitter, zuckerfreie oder nur wenig Zucker enthaltende alkoholische Pflanzenauszüge, zerfallen.

Die wichtigsten Branntweine sind der Kartoffelbranntwein, der Getreidebranntwein, namentlich der Kornbranntwein, der Rüben- und Melassenbranntwein, der Wein-, Obstwein-, Trester-, und Hefenbranntwein, der Kirsch- und

Zwetschenbranntwein. Der Kognak ist ein Erzeugniss der Destillation des Weines, der Rum ein Erzeugniss der Destillation der vergohrenen Zuckerrohrmelasse.

Der Gehalt der gewöhnlichen Trinkbranntweine an Fuselöl im engeren Sinne, d. h. an höheren Alkoholen. schwankt innerhalb weiter Grenzen; je nachdem zu ihrer Herstellung ganz oder theilweise gereinigter Spiritus oder Rohspiritus oder gar Abgänge der Spiritusrektifikation verwendet werden, beträgt er 0—0.5 Volumprocent und noch mehr. Kognak enthält meist 0.1—0.25, Rum 0—0.15, Arak 0—0.1, Kirschbranntwein 0.03—0.15, Zwetschenbranntwein 0.1—0.3, Tresterbranntwein 0.3—0.4 Volumprocent Fuselöl (in 100 Raumtheilen Branntwein).

Die Liköre und Bitterbranntweine werden meist aus reinem, rektificirtem Weingeist (Kartoffelfeinsprit) hergestellt.

1061. — *Verfälschungen und zufällige Beimengungen.* — *a*) Vermischen der Edelbranntweine mit Kartoffelspiritus, mit oder ohne Zusatz von Aromastoffen; Vergähren von Zucker oder zuckerhaltigen Stoffen mit den werthvolleren Rohstoffen der Edelbranntweine;

b) Künstliche Herstellung von Branntweinen im engeren Sinne mit Hülfe von Extrakten und Essenzen;

c) Zusätze von Mineralsäuren (Schwefelsäure) und scharf schmeckenden Pflanzenstoffen (Auszügen von Pfeffer, Paprika, Paradieskörnern u. s. w.);

d) Zusätze gesundheitsschädlicher Bitterstoffe und Farbstoffe;

e) Zusätze von künstlichen Süssstoffen (Saccharin, Dulcin) zu Likören;

f) Verwendung vo denaturirtem Branntwein zur Herstellung von Trinkbranntweinen;

g) Gegenwart grösserer Mengen von Nebenerzeugnissen der Gährung und Destillation;

h) Gegenwart gesundheidsschädlicher Metallsalze, insbesondere Kupfer.

1062. — *Beurtheilung.* — Bei den gewöhnlichen Trinkbranntweinen ist ein zu hoher Fuselölgehalt zu beanstanden, ebenso grössere Mengen von Aldehyd.

Branntweine, die zur Vortäuschung eines höheren Alkoholgehaltes mit Mineralsäuren (Schwefelsäure) oder scharf schmeckenden Pflanzenstoffen (Auszügen von Pfeffer, Paprika, Paradieskörnern u. s. w.) versetzt sind, sind zu beanstanden.

N. B. — Die einzelnen Bestandtheile der Branntweine sind nach Grammen in 100 c. c. Branntwein anzugeben.

1063. — *Bestimmung des specifischen Gewichtes.* — Bei 15° C, nach einem der unter Nr 853 angegebenen Verfahren.

1064. — *Bestimmung des Alkohols.* — *a*) Der Alkoholgehalt solcher Branntweine, die nur sehr geringe Mengen Extrakt enthalten, kann aus dem specifischen Gewichte ermittelt werden;

b) Bei extraktreicheren Branntweinen wird der Alkoholgehalt durch Destillation in ähnlicher Weise wie im Weine bestimmt. Branntwein mit mehr als 60 Gewichtsprocent Alkohol verdünnt man vor der Destillation. Auch bei zuckerreichen Likören ist eine Verdünnung zweckmässig. Ist der Branntwein reich an Estern, so ist er mit einem kleinen Ueberschuss von Alkali zu destilliren.

Bei Likören, Bittern und Essenzen, die erhebliche Mengen ätherischer Oele enthalten, sind diese zuvor durch Sättigen der mit Wasser entsprechend verdünnten Flüssigkeit mit Salz abzuscheiden. Die abgeschiedenen ätherischen Oele können eventuell in Aether gelöst, von der übrigen Flüssigkeit getrennt und weiter untersucht werden.

1065. — *Bestimmung des Extraktes.* — In gleicher Weize wie in Weinen.

1066. — *Bestimmung des Zuckers bezw. der Fehling'sche Lösung reducirenden Stoffe.* — Nach dem Neutralisiren und

Entgeisten des Branntweines, in gleicher Weise wie in Fruchtsäften (Nr 1020).

1067. — *Bestimmung der Mineralstoffe.* — Durch Veraschen des Abdampfrückstandes, wie bei Wein.

1068. — *Bestimmung der Gesammtsäure.* — Mit 1/10 Normalalkali.

Bei hohem Alkoholgehalte verdünnt man ihn mit Wasser.

Enthält ein Branntwein grössere Mengen Kohlensäure, so ist er bis zum Kochen zu erhitzen ehe man die Säure bestimmt.

Die Gesammtsäure der Branntweine ist als Essigsäure zu berechnen.

1069. — *Bestimmung des Fuselöls.* — Nach der amtlichen, vom Bundesrath erlassenen « Anweisung zur Bestimmung des Gehaltes der Branntweine an Nebenerzeugnissen der Gährung und Destillation », mit der Aenderung, dass der Branntwein zunächst mit Alkali zu destilliren ist.

Die Bestimmung erfolgt durch Ausschütteln des auf einen Alkoholgehalt von 24.7 Gewichtsprozent verdünnten Branntweins mit Chloroform.

a) Bestimmung der Dichte beziehungsweise des Alkoholgehalts des Branntweins. — Man bedient sich eines mit einem Glasstopfen verschliessbaren Dichtefläschchens von 50 c.c. Raumgehalt.

Bedeutet :

a, Das Gewicht des leeren Dichtefläschchens;

b, Das Gewicht des bis zur Marke mit destillirtem Wasser von 15° C gefüllten Dichtefläschchens;

c, Das Gewicht des bis zur Marke mit Branntwein von 15° C gefüllten Dichtefläschchens;

d, Die Dichte des Branntweins bei 15° C, bezogen auf Wasser von derselben Temperatur, so :

$$d = \frac{c - a}{b - a}$$

Den der Dichte entsprechenden Alkoholgehalt des Branntweins in Gewichtsprozenten entnimmt man der Alkoholtafel von Windisch.

b) Verdünnung des Branntweins auf einen Alkoholgehalt von 24.7 Gewichtsprozent. — 100 c.c. des Branntweins, dessen Alkoholgehalt bestimmt wurde, werden bei 15° C abgemessen. Die Hülfstafel lehrt wieviel c.c. destillirten Wassers von 15° C zugefügt werden müssen, um einen Branntwein von annähernd 24.7 Gewichtsprozent Stärke zu erhalten. Man lässt die aus der Tafel sich ergebende Menge Wasser von 15° C zu dem Branntwein fliessen. Man schüttelt die Mischung um, verstopft die Flasche, kühlt die Flüssigkeit auf 15° C ab und bestimmt aufs Neue die Dichte beziehungsweise den Alkoholgehalt nach der unter *a*) gegebenen Vorschrift. Der Alkoholgehalt des verdünnten Branntweins beträgt genau oder nahezu 24.7 Gewichtsprozent. Ist er höher als 24.7 Gewichtsprozent, so setzt man noch eine nach Massgabe der Hülfstafel berechnete Menge Wasser von 15° C zu dem verdünnten Branntwein. Ist der Alkoholgehalt des verdünnten Branntweins niedriger als 24.7 Gewichtsprozent, so entnimmt man aus der Hülfstafel die Anzahl Kubikcentimeter absoluten Alkohols von 15° C, die auf 100 Kubikcentimeter des verdünnten Branntweins zuzusetzen sind.

c) Ausschütteln des verdünnten Branntweins von 24.7 Gewichtsprozent Alkohol mit Chloroform. — Zwei Schüttelapparate werden in geräumige mit Wasser gefüllte Glasgefässe gesenkt, das Wasser wird auf die Temperatur von 15° C gebracht. Sodann giesst man unter Anwendung eines Trichters, dessen in eine Spitze auslaufende Röhre bis zu dem Boden der Schüttelapparate reicht. in jeden der beiden Schüttelapparate etwa 20 c.c. Chloroform von 15° C und stellt die Oberfläche des Chloroforms genau auf den untersten die Zahl 20 tragenden Theilstrich ein; einen etwaigen Ueberschuss an Chloroform nimmt man mit einer langen in eine Spitze auslaufenden Glasröhre mit der Vorsicht aus den Apparaten, dass die Wände derselben nicht von Chloroform benetzt werden. In jeden Apparat giesst man

100 c.c. des auf einen Alkoholgehalt von 24.7 Gewichtsprozent verdünnten Branntweines, die man auf die Temperatur von 15° C gebracht hat, und lässt je I c.c. verdünnte Schwefelsäure von der Dichte 1,286 bei 15° C zufliessen. Man verstopft die Apparate und lässt sie zum Ausgleiche der Temperatur etwa eine viertel stunde in dem Kühlwasser von 15° C schwimmen. Dann nimmt man einen gut verstopften Apparat aus dem Kühlwasser heraus, trocknet ihn äusserlich rasch ab, lässt durch Umdrehen den ganzen Inhalt in den weiten Theil des Apparats fliessen, schüttelt das Flüssigkeitsgemenge 150 Mal kräftig durch und senkt den Apparat wieder in das Kühlwasser von 15° C; genau ebenso verfährt man mit dem zweiten Apparate. Das Chloroform sinkt rasch zu Boden; kleine in der Flüssigkeit schwebende Chloroformtröpfchen bringt man durch Neigen und Umherwirbeln der Apparate zum Niedersinken. Wenn das Chloroform sich vollständig gesammelt hat, wird seine Raummenge, d. h. der Stand des Chloroforms in der eingetheilten Röhre, abgelesen.

d) Berechnung der Menge der in dem Branntweine enthaltenen Nebenerzeugnisse der Gährung und Destillation. — Man muss die Vermehrung der Raummenge kennen, die das Chloroform beim Schütteln mit vollkommen reinen Branntweinen von 24.7 Gewichtsprozent erleidet. Man bestimmt sie in der Weise, dass man mit dem reinsten Erzeugnisse der Branntwein-Reinigungsanstalten, dem sogenannten neutralen Weinsprit, genau nach den unter *a*, *b* und *c* gegebenen Vorschriften verfährt und die Raummenge des Chloroforms nach dem Schütteln feststellt.

Ist die Raummenge des Chloroforms nach dem Ausschütteln des zu untersuchenden Branntweins gleich *a* c.c., ferner die Raummenge des Chloroforms nach dem Ausschütteln des verdünnten Weinsprits gleich *b* c.c., so zieht man *b* von *a* ab. Je nachdem *a*—*b* kleiner oder grösser ist als 0.45 Kubikcentimeter, enthält der Branntwein weniger oder mehr als 1 Gewichtsprozent Nebenerzeugnisse der Gährung und Destillation auf 100 Gewichtstheile wasserfreien Alkohols. Die Zahl der Gewichtsprozente dieser Nebenerzeugnisse bis

zu 5 Prozent erhält man erforderlichenfalls durch Vervielfältigung des Unterschiedes *a*—*b* mit 2.22.

1070. — *Nachweis des Aldehydes.* — Enthält ein Branntwein Zucker oder ist er nicht farblos, so ist das Destillat zu verwenden; von 100 c.c. destillirt man dann etwa 25—50 c.c. ab und prüft das Destillat:

a) Mit einer durch schweflige Säure entfärbten Fuchsinlösung. — Der Branntwein wird mit so viel Wasser verdünnt, dass seine Alkoholstärke ungefähr 30 Volumprocent beträgt. In ein Probirröhrchen, bringt man zwei Raumtheile des Branntweines und einen Raumtheil des Reagens. Man schliesst sofort die Oeffnung des Glases durch einen Gummistopfen, und beobachtet nach Verlauf von 2 Minuten die etwa entstandene Färbung. Eine auftretende Rothfärbung zeigt Aldehyd an;

b) Mit m-Phenylendiaminchlorhydrat. — Man versetzt den Branntwein mit einer Auflösung von reinem m-Phenylendiaminchlorhydrat in ausgekochtem Wasser; bei Gegenwart von Aldehyd tritt Gelbfärbung ein und nach einigem Stehen zeigt sich eine starke grüne Fluorescenz;

c) Mit Nessler's Reagens. — Man versetzt den Branntwein mit einigen Tropfen Reagens. Je nach dem Gehalte des Branntweines an Aldehyd entsteht ein hellgelber oder rothgelber Niederschlag;

d) Ammoniakalische Silberlösung wird durch aldehydhal tigen Branntwein unter Abscheidung von Silber reducirt;

e) Beim Kochen mit Alkali färbt sich aldehydhaltiger Branntwein gelb.

1071. — *Nachweis des Furfurols.* — Man versetzt 10 c.c. farblosen Branntwein mit 10 Tropfen farblosem Anilin und 2—3 Tropfen Salzäure (spec. Gew. 1,125). Eine auftretende Rothfärbung zeigt Furfurol an.

1072. — *Bestimmung der Gesammtester.* — 100 c.c. Branntwein, bezw. bei zuckerhaltigen oder gefärbten Brannt-

weinen deren Destillat, werden mit 1/10-Normalalkali genau neutralisirt, dann mit einer gemessenen, überschüssigen Menge 1/10-Normalalkali versetzt und 10 Minuten gekocht. Hierauf wird das überschüssige Alkali mit 1/10-Normalschwefelsäure zurücktitrirt. Die zur Verseifung der Ester in 100 c.c. Branntwein erforderliche Menge 1/10-Normalalkali wird als Esterzahl bezeichnet. Man kann die Ester auch als Essigester berechnen.

1073 — *Nachweis und Bestimmung künstlicher Süssstoffe.* — Siehe im Kapitel « Künstliche Süssstoffe ».

1074. — *Bestimmung von Glycerin.* — Nach dem Entgeisten, in derselben Weise wie in Weinen mit mehr als 2 gr. Zucker in 100 c.c.

1075. — *Nachweis von Bitterstoffen und scharf schmeckenden Pflanzenstoffen.* — Nach Dragendorff-Kubicki.

Sind scharfschmeckende Stoffe zugesetzt, se kann der Geschmack des Eindunstungsrückstandes zur Erkennung dienen.

1076. — *Nachweis von Farbstoffen.* — Zum Nachweise des Karamels bedient man sich des Verfahrens von Amthor und verfährt im Uebrigen wie bei der Prüfung des Weines.

1077. — *Bestimmung gesundheitsschädlicher Metalle (Kupfer, Zinn, Blei, Zink).* — Eine gewisse Menge Branntwein wird eingedampft und der Rückstand verascht; in der Asche werden die Metalle nach den Regeln der Mineralanalyse bestimmt. Für kleine Mengen Kupfer wird das kolorimetrische Verfahren mit Ferrocyankalium empfohlen.

Bei extraktreichen Branntweinen und Likören ist die organische Substanz nach dem Eindampfen in ähnlicher Weise wie beim Mehl zu zerstören.

1078. — *Nachweis freier Mineralsäuren.* — In derselben Weise wie im Essig.

1079. — *Nachweis von Denaturirungsmitteln.* — *a) Pyridinbasen.* —Eine grössere Menge (mindestens 1/2 l) Branntwein wird mit Schwefelsäure angesäuert, der Alkohol abdestillirt und der Rückstand stark eingeengt. Auf Zusatz von festem Alkali zu dem Rückstande tritt nach dem Erwärmen der eigenartige Geruch der Pyridinbasen auf.

b) Methylalkohol. — Das Verfahren beruht auf der Thatsache, dass Dimethylanilin bei der Oxydation einen violetten Farbstoff giebt.

10 c.c. Branntwein (bei gefärbten und extrakthaltigen Branntweinen 10 c.c. Destillat) werden mit 15 gr. Jod und 2 gr. rothem Phosphor versetzt und die sich bildenden Alkyljodide abdestillirt; als Vorlage dient ein Scheidetrichter mit Wasser. Die von dem Wasser getrennten Jodide werden in ein Kölbchen gebracht, das man vorher mit 6 c.c. Anilin beschickt hat. Beim Erwärmen auf 50—60° erstarrt das Ganze. Man fügt kochendes Wasser hinzu, kocht bis zum Klarwerden, scheidet durch Zusatz von Kalilauge die freie Base ab, bringt diese durch Wasserzusatz in den Hals des Kölbchens und lässt die Flüssigkeit sich klären. Zur Oxydation der Base dient eine Mischung von 2 gr. Chlornatrium, 3 gr. Kupfernitrat und 100 gr. Sand. Man bringt 10 gr. des Oxydationsgemisches in ein Probirröhrchen, lässt 1 c.c. der öligen Base darauftropfen, mischt und erhitzt 10 Stunden lang im Wasserbade auf 90°. Dann zerreibt man den Rohrinhalt, kocht ihn mit 100 c.c. absolutem Alkohol auf, filtrirt und löst 1 c.c. des Filtrates in 500 c.c. Wasser auf. Bei Gegenwart von Methylalkohol ist diese Lösung mehr oder weniger stark deutlich violett gefärbt; reiner Aethylalkohol giebt nur eine ganz schwach röthlichgelb gefärbte Lösung.

1080. — *Nachweis und Bestimmung von Blausäure.* — *a)* Nachweis der freien Blausäure. — 5 c.c. Branntwein werden mit einigen Tropfen Guajaktinktur und 2 Tropfen stark verdünnter Kupfersulfatlösung versetzt und die Mischung umgestülpt. Bei Gegenwart von freier Blausäure färbt sich die Flüssigkeit blau.

b) Nachweis der gebundenen Blausäure. — 5 c.c. Branntwein werden mit Alkalilauge alkalisch gemacht. Nach 3—5 Minuten wird die Flüssigkeit mit Essigsäure ganz schwach sauer gemacht;

c) Bestimmung der freien Blausäure. — 200—500 c.c. Branntwein werden mit einer überschüssigen Menge einer schwachen titrirten Silbernitratlösung versetzt, die Mischung zu einem bestimmten Volumen aufgefüllt und filtrirt. In einem abgemessenen Theile des Filtrates wird das überschüssige Silber mit einer schwachen titrirten Rhodanammoniumlösung zurücktitrirt;

d) Bestimmung der gesammten Blausäure. — 200—500 c.c. Branntwein werden mit Ammoniak stark alkalisch gemacht, sogleich mit einer überschüssigen Menge einer schwachen titrirten Silbernitratlösung versetzt und sofort mit verdünnter Salpetersäure schwach angesäuert. Man füllt die Mischung auf ein bestimmtes Volumen auf und verfährt weiter nach *c*);

e) Bestimmung der an Aldehyde gebundenen Blausäure. — Der Unterschied der gesammten und der freien Blausäure ergiebt die Menge der an Aldehyde (Benzaldehyd) gebundenen Blausäure.

WEIN, WEINHALTIGE UND WEINÄHNLICHE GETRANKEN.

1081.—Auf Grund des § 12 des Gezetzes vom 20 April 1892 hat der Bundesrath die nachstehend abgedruckte Anweisung zur chemischen Untersuchung des Weines festgestelt.

N. B. — Die Mengen der Weinbestandtheile werden in der Weise ausgedrückt, dass angegeben wird, wie viel Gramme des gesuchten Stoffes in 100 c.c. Wein von 15° C gefunden worden sind.

1082. — *Bestimmung des spezifischen Gewichts.* — Es wird mit Hülfe des Pyknometers bestimmt.

Als Pyknometer ist ein Fläschchen von etwa 50 c.c. Inhalt anzuwenden.

1083. — *Bestimmung des Alkohols.* — Der zum Zweck der Bestimmung des spezifischen Gewichts im Pyknometer enthaltene Wein wird in einen Destillirkolben übergeführt. Man giebt ein wenig Tannin in den Kolben und verbindet diesen mit einem Liebigschen Kühler; als Vorlage benutzt man das Pyknometer, in welchem der Wein abgemessen worden ist. Nunmehr destillirt man, bis etwa 35 c.c. Flüssigkeit übergegangen sind, füllt das Pyknometer mit Wasser bis nahe zum Halse auf, mischt, stellt 1/2 Stunde in ein Wasserbad von 15° C und fügt Wasser von 15° C zu, bis der untere Rand der Flüssigkeitsoberfläche gerade die Marke berührt. Dann Trocknet man den leeren Theil des Pyknometerhalses mit Stäbchen aus Filtrirpapier, wägt und berechnet das spezifische Gewicht des Destillates. Die diesem spezifischen Gewichte entsprechenden Gramme Alkohol in 100 c.c. Wein werden aus der Tafel entnommen.

1084. — *Bestimmung des Extraktes.* — Unter Extrakt sind die ursprünglich gelost gewesenen Bestandtheile des entgeisteten und entwässerten ausgegohrenen Weines zu verstehen.

Da das für die Bestimmung des Extraktgehaltes zu wählende Verfahren sich nach der Extraktmenge richtet, so berechnet man zunächst den Werth von X aus nachstehender Formel :

$$X = 1 + S - S_1.$$

Hierbei bedeutet :

S das spezifische Gewicht des Weines (nach Nr 1082).

S_1 das spezifische Gewicht des alkoholischen, auf das ursprüngliche Maass aufgefüllten Destillats des Weines (nach Nr 1083).

Die dem Werthe von X entsprechenden Zahl E wird aus der Tafel entnommen.

a) Ist E nicht grösser als 3, so wird die endgültige Bestimmung des Extraktes in folgender Weise ausgeführt. Man setzt eine gewogene Platinschale von etwa 85 mm. Durchmesser, 20 mm. Höhe und 75 c.c. Inhalt, welche ungefähr 20 gr. wiegt, auf ein Wasserbad mit lebhaft kochendem Wasser und lässt aus einer Pipette 50 c.c. Wein von 15° C in dieselbe fliessen. Sobald der Wein bis zur dickflüssigen Beschaffenheit eingedampft ist, setzt man die Schale mit dem Rückstande 2 1/2 Stunden in einen Trockenkasten, zwischen dessen Doppelwandungen Wasser lebhaft siedet, lässt dann im Exsikkator erkalten und findet durch Wägung den genauen Extraktgehalt;

b) Ist E grösser als 3, aber kleiner als 4, so lässt man aus einer Bürette in die beschriebene Platinschale eine so berechnete Menge Wein fliessen, dass nicht mehr als 1.5 gr. Extrakt zur Wägung gelangen, und verfährt weiter, wie unter *a* angegeben;

c) Ist E gleich 4 oder grösser als 4, so giebt diese Zahl endgültig die Gramme Extrakt in 100 c.c. Wein an.

Um einen Wein zu beurtheilen, sind die bei der Zuckerbestimmung (vergl. Nr 1091) gefundenen Zahlen zu Hülfe zu nehmen. Beträgt danach der Zuckergehalt mehr als 0.1 gr. in 100 c.c. Wein, so ist die darüber hinausgehende Menge von der nach *a*, *b* oder *c* gefundenen Extraktzahl abzuziehen.

1085. — *Bestimmung der Mineralbestandtheile.* — Enthält der Wein weniger als 4 gr. Extrakt in 100 c.c., so wird der nach Nr 1084 *a* oder *b* erhaltene Extrakt vorsichtig verkohlt Die Kohle wird mit heissem Wasser ausgewaschen; man filtrirt den wässerigen Auszug,giebt das Filter zur Kohle, trocknet beide und verascht sie vollständig. Wenn die Asche weiss geworden ist, giesst man die filtrirte Lösung zurück, verdampft dieselbe zur Trockne, benetzt den Rückstand mit einer Lösung von Ammoniumkarbonat, glüht ganz schwach, lässt im Exsikkator erkalten und wägt.

Enthält der Wein 4 gr. oder mehr Extrakt in 100 c.c., so verdampft man 25 c.c. des Weines in einer geräumigen Pla-

tinschale und verkohlt den Rückstand sehr vorsichtig; die stark aufgeblähte Kohle wird in der vorher beschriebenen Weise weiter behandelt.

1086. — *Bestimmung der Schwefelsäure.* — 50 c.c. werden mit Salzsäure angesäuert und bis zum beginnenden Kochen erhitzt. Dann fügt man heisse Chlorbaryumlösung zu, bis kein Niederschlag mehr entsteht; man kocht das Ganze nochmals auf, lässt 6 Stunden in der Wärme stehen, giesst die Flüssigkeit durch ein Filter, wäscht den Niederschlag mit heissem Wasser aus, bringt den Niederschlag auf das Filter und wäscht mit heissem Wasser. Filter und Niederschlag werden getrocknet, verascht und geglüht; hierauf befeuchtet man mit wenig Schwefelsäure, raucht letztere ab, glüht schwach, lässt erkalten und wägt.

1087. — *Bestimmung der freien Säuren* (*Gesammtsäure*). — 25 c.c. werden bis zum beginnenden Sieden erhitzt und mit einer Alkalilauge titrirt.

Die freien Säuren sind als Weinsteinsäure zu berechnen.

1088. — *Bestimmung der flüchtigen Säuren.* — Man bringt 50 c.c. in einen Rundkolben von 200 c.c. Die flüchtigen Säuren werden mit Wasserdampf überdestillirt. Durch Erhitzen des Destillirkolbens mit einer Flamme engt man unter stetem Durchleiten von Wasserdampf den Wein auf etwa 25 c.c. ein und trägt dann durch Erwärmen dafür Sorge, dass die Menge der Flüssigkeit in demselben sich nicht mehr ändert. Man unterbricht die Destillation, wenn 200 c.c. Flüssigkeit übergegangen sind. Man bestimmt die Säuren mit einer titrirten Alkalilösung. Die flüchtigen Säuren sind als Essigsäure zu berechnen.

1089. — *Bestimmung der nichtflüchtigen Säuren.* — Die Menge der nichtflüchtigen Säuren im Wein, welche als Weinsteinsäure anzugeben sind, wird durch Rechnung gefunden.

1090. — *Bestimmung des Glycerins.* — a) In Weinen mit weniger als 2 gr. Zucker in 100 c.c. — Man dampft 100 c.c. auf etwa 10 c.c. ein, versetzt den Rückstand mit etwa 1 gr. Quarzsand und soviel Kalkmilch dass auf je 1 gr. Extrakt 1.5 bis 2 c.c. Kalkmilch kommen, und verdampft fast bis zur Trockne.

Der feuchte Rückstand wird mit etwa 5 c. c. Alkohol von 96 Maassprozent versetzt. Man erhitzt bis zum Beginn des Siedens und giesst die trübe alkoholische Flüssigkeit in ein 100 c. c. Kölbchen. Dann kühlt man auf 15° C ab, füllt mit Alkohol von 96 Maassprozent auf 100 c. c. auf, und filtrirt nach tüchtigem Umschütteln.

90 c. c. Filtrat werden in eine Porzellanschale eingedampft. Der Rückstand wird mit kleinen Mengen absoluten Alkohols aufgenommen, die Lösung gegossen und die Schale mit kleinen Mengen absolutem Alkohol nachgewaschen, bis die alkoholische Lösung genau 15 c. c. beträgt.

Zu der Lösung setzt man dreimal je 7.5 c. c. absoluten Aether und schüttelt nach jedem Zusatz tüchtig durch. Man verdunstet die alkoholisch-ätherische Flüssigkeit.

Nachdem der Rückstand dickflüssig geworden ist, bringt man in einen Trockenkasten, lässt erkalten und wägt.

b) In Weinen mit 2 gr. oder mehr Zucker in 100 c. c. — 50 c. c. werden erwärmt und mit 1 gr. Quarzsand und solange mit Kalkmilch versetzt, bis die Mischung eine hellere Farbe und einen laugenhaften Geruch angenommen hat. Das Gemisch wird erwärmt. Nach dem Erkalten setzt man 100 c.c. Alkohol von 96 Maassprozent zu, lässt den sich bildenden Niederschlag absitzen, filtrirt ab und wäscht aus.

Das Filtrat wird eingedampft und der Rückstand nach *a* weiter behandelt.

1091. — *Bestimmung des Zuckers.* — Gewichtsanalytisch mit Fehling'scher Lösung.

Zunächst wird der annähernde Zuckergehalt ermittelt, indem man von dem Extraktgehalt die Zahl 2 abzieht. Weine, die mehr als 1 gr. Zucker in 100 c. c. enthalten, müssen

soweit verdünnt werden, dass die verdünnte Flüssigkeit höchstens 1 gr. Zucker in 100 c. c. enthält. Die für die Verdünnung anzuwendende Menge Wein ist so auszuwählen, dass die Menge der verdünnten Lösung mindestens 100 c. c. beträgt.

100 c. c. Wein oder eines verdünnten Weines werden neutralisirt und auf etwa 25 c. c. eingedampft. Man fügt zu dem Weinrückstande 5 bis 10 gr. Thierkohle, rührt das Gemisch unter Erwärmen auf dem Wasserbade gut um und filtrirt. Die Thierkohle wäscht man aus, bis das Filtrat nahezu 100 c. c. beträgt. Man versetzt dasselbe sodann mit drei Tropfen einer gesättigten Lösung von Natriumkarbonat, schüttelt um und füllt bei 15° C auf 100 c. c. auf. Entsteht durch den Zusatz von Natriumkarbonat eine Trübung, so lässt man stehen und filtrirt. Das Filtrat dient zur Bestimmung des Zuckers.

An Stelle der Thierkohle kann auch Bleiessig benutzt werden.

a) Bestimmung des Invertzuckers. — In einer Porzellanschale werden 25 c. c. Kupfersulfatlösung, 25 c. c. Seignettesalzlösung und 25 c. c. Wasser gemischt und zum Sieden erhitzt. In die siedende Mischung lässt man 25 c. c. des Weines fliessen und kocht nach dem Wiederbeginn des lebhaften Aufwallens noch genau 2 Minuten. Man filtrirt durch ein Asbestfilterröhrchen und wäscht mit heissem Wasser und zuletzt mit Alkohol und Aether aus. Nachdem das Röhrchen bei 100° C getrocknet ist, erhitzt man letzteren stark bei Luftzutritt, leitet Wasserstoff hindurch und erhitzt das Kupferoxyd, bis dasselbe zu metallischem Kupfer reduzirt ist. Dann lässt man das Kupfer in Wasserstoffstrom erkalten und wägt.

b) Bestimmung des Rohrzuckers. — Man misst 50 c.c. des Weines in ein Kölbchen, neutralisirt mit Salzsäure, fügt 5 c.c. einer einprozentigen Salzsäure hinzu und erhitzt eine halbe Stunde im siedenden Wasserbade. Dann neutralisirt man, dampft etwas ein, macht mit einer Lösung von Natriumkarbonat schwach alkalisch und filtrirt in ein 50 c.c. Kölbchen, das man durch Nachwaschen bis zur Marke füllt. In 25 c.c.

der Lösung wird, wie unter *a*, der Invertzuckergehalt bestimmt.

1092. — *Polarisation.* — *a*) Bei Weissweinen. — 60 c.c. werden neutralisirt, auf 1/3 eingedampft, auf das ursprüngliche Maass wieder aufgefüllt und mit 3 c.c. Bleiessig versetzt; der Niederschlag wird abfiltrirt. Zu 31.5 c.c. des Filtrates setzt man 1.5 c.c. einer gesättigten Lösung von Natriumkarbonat oder einer bei 20° C gesättigten Lösung von Natriumsulfat, filtrirt ab und polarisirt. Der von dem Weine eingenommene Raum ist durch die Zuzätze um 1/10 vermehrt worden, worauf Rücksicht zu nehmen ist.

b) Bei Rothweinen. — 60 c.c. werden neutralisirt, auf 1/3 eingedampft, filtrirt, auf das ursprüngliche Maass wieder aufgefüllt und mit 6 c.c. Bleiessig versetzt. Man filtrirt ab, setzt zu 33 c.c. des Filtrates 3 c.c. einer gesättigten Lösung von Natriumkarbonat oder einer bei 20° C gesättigten Lösung von Natriumsulfat, filtrirt ab und polarisirt. Der von dem Rothweine eingenommene Raum wird durch die Zusätze um 1/5 vermehrt.

Gelingt die Entfärbung durch Behandlung mit Bleiessig nicht vollständig, so ist sie mittelst Thierkohle auszuführen.

1093. — *Nachweis des unreinen Stärkezuckers durch Polarisation.* — *a*) Hat man bei der Zuckerbestimmung höchstens 0.1 gr. reduzierenden Zucker gefunden, und dreht der Wein mehr als 0.3° bis höchstens 0.6° nach rechts, so ist die Möglichkeit des Vorhandenseins von Dextrin in dem Weine zu berücksichtigen und auf dieses zu prüfen. Ferner ist die Prüfung auf die unvergohrenen Bestandtheile des unreinen Stärkezuckers vorzunehmen.

b) Hat man bei der Zuckerbestimmung höchstens 0.1 gr. Gesammtzucker in 100 c.c. Wein gefunden, und dreht der Wein bei der Polarisation mehr als 0.6° nach rechts, so ist zunächst auf Dextrin zu prüfen. Ist dieser Stoff in dem Weine vorhanden, so verfährt man zum Nachweis der unvergohrenen Bestandtheile des unreinen Stärkezuckers. Ist Dex-

trin nicht vorhanden, so enthält der Wein die unvergohrenen Bestandtheile des unreinen Stärkezuckers.

c) Hat man bei der Zuckerbestimmung mehr als 0 1 gr. Gesammtzucker in 100 c.c. Wein gefunden, so weist man den Zusatz unreinen Stärkezuckers auf folgende Weise nach :

210 c.c. werden auf 1/3 eingedampft; der Rückstand wird mit so viel Wasser versetzt, dass die Flüssigkeit nicht mehr als 15 Prozent Zucker enthält; die verdünnte Flüssigkeit wird mit etwa 5 gr. Bierhefe versetzt und solange bei 20 bis 25° C stehen gelassen, bis die Gährung beendet ist. Die vergohrene Flüssigkeit wird mit einigen Tropfen einer 20 prozentigen Kaliumacetatlösung versetzt und unter Zusatz von Quarzsand zu einem dünnen Sirup verdampft. Zu dem Rückstande setzt man allmählich 200 c.c. Alkohol von 90 Maassprozent. Nachdem sich die Flüssigkeit geklärt hat, wird der alkoholische Auszug filtrirt, Rückstand und Filter mit wenig Alkohol von 90 Maassprozent gewaschen und der Alkohol grösstentheils abdestillirt. Der Rest des Alkohols wird verdampft und der Rückstand durch Wasserzusatz auf etwa 10 c.c. gebracht. Hierzu setzt man 2 bis 3 gr. Thierkohle, rührt wiederholt tüchtig um, filtrirt und wäscht die Thierkohle mit heissem Wasser aus, bis das auf 15° C abgekühlte Filtrat 30 c.c. beträgt. Zeigt dasselbe bei der Polarisation eine Rechtsdrehung von mehr als 0.5°, so enthält der Wein die unvergohrenen Bestandtheile des unreinen Stärkezuckers.

1094. — *Nachweis fremder Farbstoffe in Rothweinen.* — Rothweine sind stets auf Theerfarbstoffe und auf ihr Verhalten gegen Bleiessig zu prüfen.

Ferner ist in dem Weine ein mit Alaun und Natriumacetat gebeizter Wollfaden zu kochen und das Verhalten des auf der Wollfaser niedergeschlagenen Farbstoffes gegen Reagentien zu prüfen.

1095. — *Bestimmung der Weinsteinsäure und des Weinsteins.* — *a*) Bestimmung der Gesammtweinsteinsäure. — Man setzt zu 100 c.c. 2 c.c. Eisessig, 0.5 c.c. einer 20 prozentigen

Kaliumacetatlösung und 15 gr. Chlorkalium; man fügt dan 15 c.c. Alkohol von 95 Maassprozent hinzu. Nachdem man durch Reiben eines Glasstabes an der Wand des Glases die Abscheidung des Weinsteins eingeleitet hat, lässt man wenigstens 15 Stunden stehen und filtrirt dann den Niederschlag ab. Zum Auswaschen des krystallinischen Niederschlages dient ein Gemisch von 15 gr. Chlorkalium, 20 c.c. Alkohol von 95 Maassprozent und 100 c.c. destillirtem Wasser; von letzterer dürfen im Ganzen nicht mehr als 20 c.c. gebraucht werden. Der auf dem Filter gesammelte Niederschlag wird mit siedendem Wasser in ein Becherglas zurückgespült und die Lösung in der Siedhitze mit Alkalilauge titrirt.

b) Bestimmung der freien Weinsteinsäure. — 50 c.c. eines gewöhnlichen Weines, beziehungsweise 25 c.c. eines erhebliche Mengen Zucker enthaltenden Weines, werden verascht. Die Asche wird mit 20 c.c. 1/4 Normal-Salzsäure versetzt und nach Zusatz von 20 c.c. destillirtem Wasser bis zum beginnenden Sieden erhitzt. Die heisse Flüssigkeit wird mit 1/4-Normal-Alkalilauge titrirt.

c) Bestimmung des Weinsteins. — 50 c.c. eines gewöhnlichen Weines, beziehungsweise 25 c.c. eines erhebliche Mengen Zucker enthaltenden Weines, werden verascht. Die Asche wird mit heissem Wasser ausgelaugt, die Lösung filtrirt und das Filter mit heissem Wasser ausgewaschen. Der wässerige Aschenauszug wird mit 20 c.c. 1/4-Normal-Salzsäure versetzt und bis zum beginnenden Sieden erhitzt. Die heisse Lösung wird mit 1/4-Normal-Alkalilauge titrirt.

1096. — *Bestimmung der schwefligen Säure.* — 1. Ein Destillirkolben wird mit einem Liebigschen Kühler gebunden; an diesen schliesst sich eine Peligotsche Röhre.

Man leitet Kohlensäure, bis alle Luft aus dem Apparate verdrängt ist, bringt dann in die Peligotsche Röhre 50 c.c. Jodlösung, und lässt 100 c.c. Wein in den Kolben fliessen, ohne das Einströmen der Kohlensäure zu unterbrechen. Nachdem noch 5 gr. sirupdicke Phosphorsäure zugegeben sind, erhitzt man den Wein vorsichtig und destillirt ihn unter stetigem Durchleiten von Kohlensäure zur Hälfte ab.

Man bringt nunmehr die Jodlösung, in ein Becherglas, setzt etwas Salzsäure zu, erhitzt das Ganze kurze Zeit und fällt die entstandene Schwefelsäure mit Chlorbaryum.

2. Man bringt in ein Kölbchen 25 c.c. Kalilauge die etwa 56 gr. Kaliumhydrat im Liter enthält, lässt 50 c.c. Wein zu der Lauge fliessen und lässt die Mischung 15 Minuten stehen. Hierauf fügt man zu der alkalischen Flüssigkeit 10 c.c. verdünnte Schwefelsäure und einige Kubikcentimeter Stärkelösung und titrirt die Flüssigkeit mit 1/50-Normal-Jodlösung.

3. Zufolge neuerer Erfahrungen ist ein Theil der schwefligen Säure im Weine an organische Bestandtheile gebunden, ein anderer im freien Zustande oder als Alkalibisulfit im Weine verhanden.

Die Bestimmung der freien schwefligen Säure geschieht nach folgendem Verfahren. Man leitet durch ein Kolbchen Kohlensäure, entnimmt dann 50 c.c. Wein und lässt diese in das Kölbchen fliessen. Nach Zusatz von 5 c.c. verdünnter Schwefelsäure wird die Flüssigkeit mit 1/50-Normal-Jodlösung titrirt.

1097. — *Bestimmung des Saccharins.* — Man verdampft 100 c.c. unter Zusatz von Sande, versetzt den Rückstand mit 1 bis 2 c.c. einer 30 prozentigen Phosphorsäurelösung und zieht ihn mit einer Mischung von Aether und Petroleumäther bei mässiger Wärme aus. Man filtrirt bis man 200 bis 250 c.c. Filtrat erhalten hat. Hierauf destillirt man den grössten Theil ab, verjagt dann Aether und Petroleumäther völlig und nimmt den Rückstand mit einer verdünnten Lösung von Natriumkarbonat auf. Man filtrirt die Lösung, verdampft sie zur Trockne, mischt den Trockenrückstand mit der vier- oder fünffachen Menge festem Natriumkarbonat und trägt dieses Gemisch allmählich in schmelzenden Kalisalpeter ein. Man löst die weisse Schmelze in Wasser, säuert sie mit Salzsäure an und fällt mit Chlorbaryum.

Wurden bei der Verarbeitung von 100 c.c. Wein *a* Gramm Baryumsulfat gewonnen, so sind enthalten :

$x = 0{,}7857\ a$ Gramm Saccharin in 100 c.c. Wein.

1098. — *Nachweis der Salicylsäure.* — 50 c.c. Wein werden mit 50 c.c. eines Gemisches Aether und Petroleumäther umgeschüttelt. Hierauf hebt man die Aether-Petroleumätherschicht ab, filtrirt, verdunstet und versetzt den Rückstand mit einigen Tropfen Eisenchloridlösung. Eine rothviolette Färbung zeigt die Gegenwart von Salicylsäure an.

Entsteht dagegen eine schwarze oder dunkelbraune Färbung, so versetzt man die Mischung mit einem Tropfen Salzsäure, nimmt sie mit Wasser auf, schüttelt die Lösung mit Aether-Petroleumäther aus und verfährt mit dem Auszug nach der oben gegebenen Vorschrift.

1099. — *Nachweis von arabischem Gummi und Dextrin.* — Man versetzt 4 c.c. Wein mit 10 c.c. Alkohol. Entsteht hierbei nur eine geringe Trübung, so ist weder Gummi noch Dextrin anwesend. Entsteht dagegen ein Niederschlag, so muss der Wein nach dem folgenden Verfahren geprüft werden.

100 c.c. werden auf etwa 5 c.c. eingedampft und so lange mit Alkohol von 90 Maassprozent versetzt, als noch ein Niederschlag entsteht. Nach 2 Stunden filtrirt man den Niederschlag ab, löst ihn in 30 c.c. Wasser, fügt 1 c.c. Salzsäure von spezifischem Gewichte 1.12 hinzu, und erhitzt 3 Stunden im kochenden Wasserbade. Nach dem Erkalten wird die Flüssigkeit alkalisch gemacht, auf ein bestimmtes Maass verdünnt und der entstandene Zucker mit Fehling'scher Lösung bestimmt. Weine ohne Zusätze geben höchstens Spuren einer Zuckerreaktion.

1100. — *Bestimmung des Gerbstoffes.* — In 100 c.c. von Kohlensäure befreitem Weine werden die freien Säuren mit einer titrirten Alkalilösung bis auf 0.5 gr. in 100 c.c. Wein abgestumpft, sofern die Bestimmung nach Nr. 1092 einen höheren Betrag ergeben hat. Nach Zugabe von 1 c.c. einer 40 prozentigen Natriumacetatlösung lässt man eine 10 prozentige Eisenchloridlösung tropfenweise solange hinzufliessen, bis kein Niederschlag mehr entsteht. 1 Tropfen der 10 pro-

zentigen Eisenchloridlösung genügt zur Ausfüllung von 0,05 gr. Gerbstoff.

Die Bestimmung des Gerbstoffes kann nach einem der üblichen Verfahren erfolgen.

1101. — *Bestimmung des Chlors.* — Man macht 50 c.c. Wein mit Natriumkarbonat alkalisch, erwärmt bis zum Aufhören der Kohlensäureentwickelung, dampft ein, verkohlt und verascht. Die Asche wird mit einem Tropfen Salpetersäure befeuchtet, mit warmem Wasser ausgezogen, die Lösung filtrirt und mit Silbernitratlösung versetzt. Man erhitzt, lässt erkalten, sammelt auf einem Filter, wäscht mit heissem Wasser aus und trocknet. Das Filter wird verbrannt. Nach dem Erkalten benetzt man mit einem Tropfen Salzsäure, erhitzt bis die Säure verjagt ist, hierauf bis zum beginnenden Schmelzen, lässt erkalten und wägt.

1102. — *Bestimmung der Phosphorsäure.* — 50 c.c. werden mit 0,5 bis 1 gr. eines Gemisches von 1 Theil Salpeter und 3 Theilen Soda verzetzt und zur dickflüssigen Beschaffenheit verdampft. Der Rückstand wird verkohlt, die Kohle mit verdünnter Salpetersäure ausgezogen, der Auszug abfiltrirt, die Kohle wiederholt ausgewaschen und schliesslich sammt dem Filter verascht. Die Asche wird mit Salpetersäure befeuchtet, mit heissem Wasser aufgenommen und filtrirt. Zu der Lösung setzt man ein Gemisch von 25 c.c. Molybdänlösung und 25 c.c. Salpetersäure vom spezifischen Gewichte 1.2 und erwärmt auf 80° C. Man stellt die Mischung 6 Stunden an einen warmen Ort, giesst dann die Flüssigkeit durch ein Filter, wäscht den Niederschlag 4—5 Mal mit einer verdünnten Molybdänlösung, indem man stets den Niederschlag absitzen lässt und die klare Flüssigkeit durch das Filter giesst. Dann löst man den Niederschlag in konzentrirtem Ammoniak auf und filtrirt. Man wäscht mit Ammoniak aus und versetzt das Filtrat mit Salzsäure, solange der dadurch entstehende Niederschlag sich noch löst. Nach dem Erkalten fügt man 5 c.c. Ammoniak und langsam und tropfen-

weise unter Umrühren 6 c.c. Magnesiamischung. Den Niederschlag lässt man nach Zusatz von 40 c.c. Ammoniaklösung 24 Stunden bedeckt stehen. Hierauf filtrirt man und wäscht mit verdünntem Ammoniak aus. Der Niederschlag wird auf dem Filter getrocknet und letzteres in einem gewogenen Platintiegel verbrannt. Nach dem Erkalten befeuchtet man den Tiegelinhalt mit Salpetersäure, verdampft, glüht, lässt erkalten und wägt.

1103. — *Nachweis der Salpetersäure.* — 1. In Weissweinen. — *a*) 10 c.c. werden entgeistet, mit Thierkohle entfärbt und filtrirt. Einige Tropfen lässt man in ein Porzellanschälchen, in welchem einige Körnchen Diphenylamin mit 1 c.c. konzentrirter Schwefelsäure übergossen worden sind, so einfliessen, dass sich die beiden Flüssigkeiten neben einander lagern. Tritt eine blaue Färbung auf, so ist Salpetersäure enthalten.

b) Zum Nachweis kleinerer Mengen von Salpetersäure, verdampft man 100 c.c. zum dünnen Sirup und fügt solange absoluten Alkohol zu, als noch ein Niederschlag entsteht. Man filtrirt, verdampft, versetzt mit Wasser und Thierkohle, verdampft auf etwa 10 c.c., filtrirt und prüft nach *a*.

2. In Rothweinen. — 100 c.c. versetzt man mit 6 c.c. Bleiessig, filtrirt, giebt 4 c.c. einer konzentrirten Lösung von Magnesiumsulfat und etwas Thierkohle. Man filtrirt und prüft nach 1 *a* oder nach 1 *b*.

1104. — *Nachweis von Baryum und Strontium.* — 100 c.c. werden eingedampft und verascht. Die Asche nimmt man mit verdünnter Salzsäure auf, filtrirt und verdampft. Das trockene Salzgemenge wird spektroskopisch auf Baryum und Strontium geprüft.

Ist das Vorhandensein von Baryum oder Strontium festgestellt, so ist die Bestimmung derselben auszuführen.

1105. — *Bestimmung des Kupfers.* — Es wird elektrolytisch bestimmt. Das abgeschiedene Metall ist nach dem Wägen in Salpetersäure zu lösen und zu prüfen.

BIER.

1106. — Bier ist ein gegohrenes und noch in schwacher Nachgährung befindliches Getränk, vorherrschend aus Gerstenmalz (oder auch Weizenmalz) und Hopfen unter Zuhülfenahme von Wasser und Hefe hergestellt, welches neben Alkohol und Kohlensäure als wesentlichen Bestandtheil noch einen nicht unerheblichen Antheil unvergohrener Extraktbestandtheile enthält.

Das Bier enthält stets noch geringe Mengen des Gährungserregers und gährungsfähiger Stoffe, welche aufeinander einwirken. Man bezeichnet diese Erscheinung mit Nachgährung.

Sind neben der Kulturhefe andere fremde Gährungserreger vorhanden, so können Veränderungen unregelmässiger Natur eintreten, die man als Krankheiten bezeichnet : Geschmacksveränderungen (bitteren, bittersüssen, säuerlichen, obstartigen Geschmack), fremdartigen Geruch (nach Schwefelwasserstoff, flüchtigen Säuren, Aethern), oder Dichteveränderungen (fadenziehend werden), oder auch Farbenveränderungen.

1107. — *Ersatzstoffe, Zusätze und Verfälschungen.* — In Bayern, Württemberg und Baden ist jedes Bier als gefälscht zu betrachten, welches aus anderen Stoffen als Gersten- oder Weizenmalz, Hopfen und Wasser hergestellt wurde. In solchen Ländern, deren Brausteuergesetzgebung auch andere Rohstoffe zulässt, können die zulässigen Ersatzmittel nicht als Fälschungsmittel angesehen werden. Ihre Benutzung ist, sofern nicht die Herkunft oder die Bezeichnung des Bieres ohne Weiteres die Verwendung bestimmter Ersatzstoffe erkennen lässt, beim Verkauf des Bieres ausdrücklich anzugeben.

Als Ersatzstoffe des Malzes können in Betracht kommen : Reis, Mais, Hirse, Hafer und andere stärkemehlhaltige Früchte, zum Theil in Form von Malz; ferner Zucker (Rübenzucker, Stärkezucker, Maltose und die entsprechenden Sirupe).

Als Ersatzstoffe gelten nicht Zusätze von Zuckerkouleur (ausser der zum Färben des Bieres zugesetzten), von den zu der Gruppe von Kohlenhydraten nicht gehörigen Süssstoffen (wie Süssholz und Süssholzextrakt), von künstlichen Süssstoffen, sowie ferner nicht solche von Alkohol und Glycerin.

Unzulässig sind andere Färbemittel als Farbmalz oder Zuckerkouleur (namentlich Theerfarbstoffe).

Ersatzstoffe für Hopfen sind nicht zulässig, insbesondere gelten als solche nicht andere Bitterstoffe, Gerbsäure u. s. w.

Der Zusatz von Säuren zum Wasser, wie Schwefelsäure, ist unzulässig.

Ein Zusatz von Salzen zum fertigen Biere ist unzulässig, so namentlich der Zusatz von freien oder kohlensauren Alkalien zur Neutralisirung von saurem Bier oder zur Erhöhung des Kohlensäuregehaltes.

Als Mittel zur Frischhaltung sind angewendet worden : Salicylsäure, saures schwefligsaures Calcium und saures schwefligsaures Natrium oder Kalium, die Verbindungen der Flusssäure, Wasserstoffsuperoxyd, Borsäure und borsaure Salze, Benzoësäure, Formaldehyd und Aethylalkohol. Diese künstlichen Mittel sind unzulässig.

1108. — *Beurtheilung.* — Bier soll in der Regel klar sein, sofern es sich nicht um besondere Arten handelt.

Untergähriges trübes Bier ist zu beanstanden, wenn die Trübung aus Bakterien besteht oder auch sofern die ausgeschiedene Hefe lediglich wilden Arten angehört.

Sonderbiere sind mit Hefetrübung zulässig.

Bei nur geringer Menge der Hefe, die das Bier nur staubig erscheinen lässt, und wenn erst nach mehrtägigem Stehen sich ein Bodensatz bildet, ist ein solches Bier nicht zu beanstanden.

Grössere Mengen von Stärke und Eiweissausscheidungen deuten auf fehlerhafte Beschaffenheit der Rohstoffe sowie auf Fabrikationsfehler. Schwache Eiweisstrübungen, desgleichen Harz- oder Gummitrübung sind nicht zu beanstanden.

2. Gewöhnlich übersteigt der Extraktgehalt nicht die doppelte Zahl für den Alkohol.

Der Alkoholgehalt kan zwischen 1.5—6 Gewichtsprocenten, der Extraktgehalt zwischen 2—8 p. c. schwanken.

3. Der wirkliche Vergährungsgrad der Biere soll ungefähr die Hälfte des ursprünglichen Extraktes betragen.

4. Es empfiehlt sich, den Stickstoff- und Phosphorsäuregehalt des Bieres auf Trockensubstanz der Stammwürze zu berechnen; diese enthält meist 0.4 bis 0.5 p. c. Stickstoff und auch ebensoviel Phosphorsäure.

Bei regelrechten Bieren geht der Aschengehalt nicht über 0.3 p. c., sofern das Bier nicht mit sehr salzreichem Wasser hergestellt ist.

5. Die Gesammtsäure (ausschliesslich Kohlensäure) überschreitet selten eine 3 c.c. Normal-Alkali für 100 gr. Bier entsprechende Menge.

Flüchtige Säuren sind nur in ganz geringer Menge vorhanden.

6. Der natürliche Glyceringehalt eines Bieres soll 0.3 p. c. des Bieres nicht überschreiten.

7. Jedes Bier enthält natürlich Schwefelsäure und häufig schweflige Säure oder deren Salze, desgleichen Chloride. Der Gehalt an diesen ist ein schwankender.

Grössere Mengen von schwefliger Säure, welche durch mehr als 10 mgr. schwefelsaures Baryum aus 200 c.c. Bier angezeigt werden, können als zum Zwecke der Haltbarmachung zugesetzt angesehen werden.

8. Eine schwache Reaktion auf Salicylsäure und Borsäure lässt nicht sofort auf absichtlichen Zusatz schliessen.

N. B. — Das zur Untersuchung dienende Bier ist vorher von Kohlensäure möglichst zu befreien. Man bringt das Bier zu diesem Zwecke annähernd auf die Messtemperatur, schüttelt es einige Zeit in halbgefüllten Kolben und filtrirt es alsdann dreimal.

Die Bestandtheile werden in Gewichtsprocenten ausgedrückt.

1109. — *Bestimmung des specifischen Gewichtes und des Extraktgehaltes.* — Die Bestimmung des specifischen Gewichtes geschieht im Pyknometer, oder mit der Westphal'schen Waage.

Nach dem specifischen Gewicht lässt sich aus der Tabelle der scheinbare Extraktgehalt entnehmen.

Der wirkliche Extraktgehalt kann durch Eindampfen von etwa 10—20 c. c. und durch Trocknen bei 105° annähernd bestimmt werden.

Man bestimmt den Extraktgehalt auf mittelbarem Wege wie folgt : 75 c. c. werden gewogen, dann bis auf etwa 25 c. c. eingedampft; der Extrakt wird mit Wasser zurückgespült und auf der Waage auf das ursprüngliche Gewicht gebracht; von der Flüssigkeit wird das specifische Gewicht bestimmt und aus der Extrakttabelle der entsprechende Extraktgehalt abgelesen.

Zur Nachprüfung dient die Berechnung des Extraktes aus dem specifischen Gewichte und dem Alkohol oder dem specifischen Gewichte des gewonnenen Alkohols.

1110. — *Bestimmung des Alkoholgehaltes* (Ermittelung der Stammwürze und des Vergährungsgrades). — 75 c. c. werden gewogen und destillirt, und als Vorlage ein Pyknometer von 50 c. c. benutzt. Es wird nahezu bis zur Marke des Pyknometers abdestillirt, bei 15° auf die Marke mit Wasser aufgefüllt und gewogen. Der Alkoholgehalt des Destillates (δ) in Gewichtsprocenten wird aus der Alkoholtabelle entnommen und es ergiebt sich der procentige Alkoholgehalt A des Bieres unter Berücksichtigung der verwendeten Biermenge (g = Gramm) und des Gewichtes des Destillates (D) nach folgender Gleichung :

$$A = \frac{D\delta}{g}.$$

Der Alkoholgehalt lässt sich auch feststellen, wenn das specifische Gewicht des ursprünglichen Bieres und das des entgeisteten Bieres bekannt ist. Es soll hier die bekannte

Formel : $x = 1 + s - S$ angewendet werden, worin s das spec. Gewicht des ursprünglichen, S das spec. Gewicht des von Alkohol befreiten Bieres bedeutet.

Aus den Werthen für den Extraktgehalt E und Alkoholgehalt A eines Bieres werden der ursprüngliche Extraktgehalt der Würze und der wirkliche Vergährungsgrad berechnet.

Der ursprüngliche Extraktgehalt der Würze (Stammwürze) e ergiebt sich nach der Formel :

$$e = \frac{100\,(E + 2.0665\,A)}{100 + 1.0665\,A}.$$

Annähernd erhält man die Stammwürze durch Verdoppelung der Alkoholmenge unter Hinzufügung des Extraktrestes zu dieser Zahl.

Der wirkliche Vergährungsgrad V ergiebt sich nach der Formel :

$$V = 100\left(1 - \frac{E}{e}\right).$$

1111. — *Bestimmung der Kohlenhydrate* (Rohmaltose, vergährbare Stoffe, Dextrin). — Der gesammte reducirende Zucker wird gewichtsanalytisch bestimmt. Das reducirte Kupfer wird in Maltose umgerechnet und der erhaltene Werth als Rohmaltose aufgeführt. Der Gehalt an vergährbaren Stoffen wird bestimmt durch Vergährung mit Hefe.

Ist eine Bestimmung des Dextrins erforderlich, so ist sie nach Nr 850, I, *b*, 3 auszuführen.

1112. — *Bestimmung der stickstoffhaltigen Verbindungen.* — Nach Kjeldahl, in 20—50 c. c. Bier.

Letztere werden unter Zusatz von einem Tropfen koncentrirter Schwefelsäure eingedampft und der Extrakt alsdann in üblicher Weise aufgeschlossen.

1113. — *Bestimmung der Mineralbestandtheile.* — In 25—50 c. c. Bier, nach Nr 852.

1114. — *Bestimmung der Gesammtsäure, der flüchtigen Säure und der Kohlensäure.* — *a) Gesammtsäure* (*ausschliesslich Kohlensäure*). — 100 c. c. von Kohlensäure befreites Bier werden mit 1/10 Normal-Alkalilauge titrirt. Die Säuremenge wird in Kubikcentimetern Normal-Alkali für 100 gr. Bier ausgedrückt.

b) *Flüchtige Sauren.* — In 100 c. c. wie bei Wein.

c) *Kohlensäure.* — Nach Schwackhöfer's Verfahren.

1115. — *Bestimmung des Glycerins.*— Man versetzt 50 c.c. Bier mit 2—3 gr. Aetzkalk, dampft zum Sirup ein, setzt 10 gr. Seesand zu und bringt die Masse zur Trockne. Der Trockenrückstand wird 8 Stunden mit 50 c.c. Alkohol ausgezogen. Der alkoholische Auszug wird mit dem 1 1/2-fachen Raumtheil Aether vermischt, nach dem Absetzen abgegossen und der Bodensatz filtrirt. Nach Verdunstung des Aether-Alkohols wird der Rückstand getrocknet und gewogen. In dem erhaltenen Rohglycerin ist der Zucker- und Aschegehalt zu bestimmen und in Abzug zu bringen.

1116. — *Bestimmung der schwefligen Säure.*—In 200 c.c., wie bei Wein.

1117. — *Nachweis und Bestimmung der Salicylsäure.* — Zum Nachweis werden etwa 100 c.c. mit etwas Schwefelsäure angesäuert und mit einer Aether-Benzinmischung ausgeschüttelt. Nach einigem Stehen wird die ätherische Lösung abgegossen und in einem Schälchen verdunstet. Der Rückstand wird mit etwas Wasser aufgenommen und ein Theil mit Eisenchlorid geprüft. Tritt eine Reaktion auf, dann ist ein weiterer Theil mit Millon's Reagens zu versetzen. Sofern Salicylsäure in der geringsten Menge vorhanden ist, entsteht eine schöne rothe Färbung; bleibt dagegen die Reaktion aus, dann ist damit die Abwesenheit von Salicylsäure sowie von Salicylaten festgestellt und die Eisenchloridreaktion deutet auf das Vorhandensein von Maltol aus Karamelfarbmalz.

Quantitativ wird die Salicylsäure nach dem kolorimetrischen Verfahren bestimmt.

1118. — *Nachweis von Benzoësäure.* — 500 c.c. werden mit einem geringen Ueberschuss von Barytwasser bis zum Sirup eingedampft und mit 50 gr. Seesand oder Gyps vermischt und zur Trockne gebracht. Der Trockenrückstand wird mit Alkohol und etwas verdünnter Schwefelsäure zusammengerieben. Nach Zusatz von Barytwasser bis zur alkalischen Reaktion wird der Alkohol abdestillirt, der rückständige Sirup mit Schwefelsäure angesäuert und mit Aether ausgezogen. Im Aether-Rückstande kann die Benzoësäure an der Sublimirbarkeit und der Eisenchloridreaktion erkannt werden.

Das Verfahren eignet sich auch zur quantitativen Bestimmung der Benzoësäure, da der ätherische Auszug fast reine Benzoësäure enthält.

KAFFEE.

1119. — Unter Kaffee versteht man die von der Fruchtschale und zum Theil auch von der Samenschale befreiten Samen gewisser Arten der Gattung Coffea. Die Hauptmenge des zum Verbrauch gelangenden Kaffees bilden die Samen von Coffea arabica, ferner die von Coffea liberica.

Durch das Rösten erleidet von den Bestandtheilen des Kaffees vorwiegend der Rohrzucker eine Zersetzung, indem er je nach dem Grad des Röstens mehr oder weniger ganz karamelisirt oder zerstört wird. Auch die Kaffeegerbsäure und die Rohfaser erleiden eine mehr oder weniger tiefgreifende Veränderung, wordurch die stickstofffreien Extraktstoffe und die in Aether löslichen Stoffe verhältnissmässig zunehmen. Das Koffeïn wird zum Theil verflüchtigt.

Der Gehalt an Koffeïn schwankt von 1.00—1.75 p. c.

1120. — *Verfälschungen*. — *a*) Bei ungebranntem Kaffee: Künstliche Färbung.

Zur Gelbfärbung werden angewendet : Bleichromat, Mennige, Ocker; — für Grünfärbung : Graphit, Kohle, Talk, Indigo, Smalte, Berliner Blau, Chromoxyd.

Ferner ist die Behandlung des Kaffees mit fremdartigen Stoffen, z. B. Sägemehl, zu erwähnen.

b) Bei gebranntem Kaffee . Zusatz von künstlichen Kaffeebohnen, gebranntem Mais, afrikanischem Nussbohnenkaffee, Lupinensamen, sowie von ausgezogenen Kaffeebohnen; ferner künstliche Färbung des Kaffees; desgleichen die künstliche Beschwerung mit Wasser.

c) Bei gemahlenem Kaffee : Beimischung von Kaffeeersatzstoffen, von Kaffeesatz, sowie von mineralischen Stoffen.

Als zufällige Beimengungen sind anzusehen : Kleine Steine, Samen in der Fruchtschale, Stiele, vereinzelte fremde Samen.

1121. — *Beurtheilung*. — I. *Ungebrannter Kaffee*. — 1. Der Wassergehalt beträgt etwa 9—13 p. c.

2. Havarirter Kaffee ist stets minderwerthig, aber bisweilen noch marktfähig. Eine Deklaration des havarirten Kaffees als solchen ist erforderlich.

Ausser durch Havarie kann Kaffee auch durch eine unzweckmässige Art der Ernte und der Erntebereitung, durch Schimmeln, Faulen, Annahme fremdartiger Gerüche u. s. w. verdorben werden. Der Grad des Verdorbenseins ist von Fall zu Fall zu beurtheilen.

3. Die künstliche Färbung des natürlichen Kaffees mit gesundheitsschädlichen Farben is selbstverständlich unzulässig ; aber auch die Färbung des Kaffees zur Verdeckung von Schäden, z. B. bei havarirtem Kaffee, oder zur Vortäuschung einer besseren Sorte, ist gleichfalls zu beanstanden.

4. Das Glätten und Poliren ist als zulässig zu erachten; jedoch ist eine Behandlung, durch welche fremdartige Stoffe, z. B. Sägemehl, in dauernder Berührung mit dem Kaffee verbleiben, oder wodurch der Schein einer besseren Beschaf-

fenheit zum Zwecke der Täuschung erweckt werden soll, nicht statthaft.

5. Das Waschen des Kaffees, sofern dabei eine Auslaugung oder Beschwerung desselben erfolgt, das Quellen des Kaffees, durch welches eine Vermehrung des Gewichtes und Volumens bedingt und der Anschein einer besseren Beschaffenheit erweckt wird; ferner die künstliche Fermentation, die ihrem Wesen nach kein Gährungsvorgang ist, sondern aus dem Quellen und Färben des Kaffees, sei es durch Zuzatz von Farbe (Fabrikmenado), sei es durch Anrösten (appretirter Kaffee), besteht, sind zu verwerfen.

II. *Gerösteter Kaffee.* — 1. Der Zusatz von künstlichen Kaffeebohnen, gebranntem Mais, sogen. afrikanischem Nussbohnenkaffee (gerösteten, gespaltenen Erdnüssen) und Lupinensamen zu ganzbohnigem geröstetem Kaffee, ist als Verfälschung anzusehen. Ebenso ist der Verkauf von ausgezogenen Kaffeebohnen zu beurtheilen.

Ueberrösteter oder verbrannter Kaffee ist als minderwerthig zu bezeichnen. Verschimmelter Kaffee gilt als verdorben.

2. Ein ohne Zusatz von Zucker gerösteter Kaffee soll eine hellbraune bis kastanienbraune Farbe besitzen, gleichmässig durchgeröstet sein und angenehm aromatisch riechen. Der geröstete Kaffee ist ein Erzeugniss, dessen Veredelung indess auf verschiedene Weise, z. B. durch Aenderung des Röstverfahrens oder durch geeignete Behandlung mit Mitteln zur Haltbarmachung nicht ausgeschlossen ist. Ehe aber derartig veredelte Kaffees im Handel als zulässig erachtet werden können, muss nachgewiesen sein, dass der Zweck der Veredelung erreicht ist und dass dadurch Nachtheile in anderer Beziehung für die Verbraucher dieser Erzeugnisse nicht entstehen.

Das färben des gerösteten Kaffees, soweit dieses Färben nicht durch zulässige Mittel zur Haltbarmachung herbeigeführt wird, sowie ein Kandiren des Kaffees, welches nur zu dem Zwecke erfolgte, um eine unzureichende Röstung zu verdecken, sind zu beanstanden.

3. Das Glasiren des Kaffees mit Rübenzucker, Stärkezucker, den reinen Sorten des Stärkesirups (Kapillärsirup), rei-

nem Dextrin, Stärke und Gummi ist als zulässig zu erachten; ebenso die Verwendung von Auszügen aus Feigen, Datteln und anderen zuckerhaltigen Früchten. Die Verwendung aller dieser Aufbesserungsmittel ist aber zu deklariren.

Die Verwendung von Melassesirup zum Glasiren des Kaffees erscheint nicht statthaft.

In gleicher Weise ist das Glasiren des Kaffees mit Eiweiss und Gelatine, sowie der Zusatz von Auszügen von Kaffeefruchtfleisch und von Kakaoschalen, unter der Voraussetzung der Deklaration als zulässig zu erachten.

Der Zusatz von verdichteten Rösterzeugnissen des Kaffees ist nur dann zu beanstanden, wenn dem Kaffee dadurch schlecht riechende und schlecht schmeckende Bestandtheile zugeführt werden.

Die Verwendung von Harzglasur zum Ueberziehen des Kaffees ist nicht zu beanstanden; jedoch sollen nur feine Harze (Schellack u. s. w.) dazu benutzt werden. Auch ist eine Deklaration dieses Zusatzes unerlässlich.

Ein Zusatz thierischer oder pflanzlicher Fette ist jedenfalls nur bei einer Deklaration und nach Lage des einzelnen Falles nicht zu beanstanden.

Der Zusatz von Mineralölen, von Glycerin und von Tannin ist zu verwerfen.

4. Der nach den zulässig erachteten Verfahren überzogene Kaffee soll nicht mehr als 4 p. c. eines nach dem Verfahren von Hilger abwaschbaren Ueberzuges enthalten.

5. Eine grosse Anzahl der im Handel vorkommenden Ersatzstoffe des Kaffees enthält mehr durch Wasser ausziehbare Stoffe als der gebrannte, gemahlene Kaffee. Letzterer enthält, auf wasserfreie Substanz berechnet, durchschnittlich 27 (25—33) p. c. an löslichem Extrakt, Cichorienkaffee 70 p. c., Feigenkaffee 70—80 p. c., Getreidekaffee stets über 30 p. c.

6. Eine absichtliche Erhöhung des Wassergehaltes, sei es mit oder ohne Zusatz von Borax, ist zu verwerfen.

Als zulässig ist jedoch zu erachten : das Anfeuchten der Bohnen *vor* dem Rösten zum Zwecke einer gleichmässigen

Röstung, sowie das Waschen des Kaffees vor dem Rösten zwecks Reinigung der Bohnen, sofern hiermit eine Auslaugung des Kaffees nicht verbunden ist. Das Behandeln des Kaffees vor dem Rösten mit Soda- oder Pottaschelösung oder mit Kalkwasser ist zu beanstanden.

7. Der Gehalt an Mineralbestandtheilen beträgt bei den Kaffeesorten 4—5 p. c. (selten über 5 p. c.). Besonders eigenthümlich ist der geringe Gehalt der Kaffeeasche an Chlor und Kieselsäure gegenüber dem bedeutenden Gehalte hiervon bei den Getreide-, Feigen- und Cichorien-Zubereitungen.

8. Das Vermischen des gemahlenen Kaffees mit Kaffeesatz, gemahlenen Kaffeeersatzstoffen und mineralischen Stoffen (Erde, Sand, Ocker, Schwerspath u. s. w.) ist als Verfälschung anzusehen.

9. Der Fettgehalt (Aetherauszug) des Kaffees beträgt 10—13 p. c.; der der Ersatzstoffe, mit Ausnahme der von Oelsamen, 1—3 p. c.

10. Der gebrannte Kaffee enthält höchstens 2 p. c. Zucker (Fehling'sche Lösung reducirende Stoffe), die Ersatzstoffe enthalten 30 bis 50 p. c., Cichorie bis 30 p. c. Zucker.

11. Der Gehalt der in Zucker überführbaren Stoffe beträgt beim Kaffee etwa 20 p. c., während bei den Ersatzstoffen, die häufig im Handel vorkommen, derselbe bis etwa 80 p. c. ausmachen kann.

12. Mischungen von gemahlenem Kaffee mit Ersatzstoffen sind als Kaffeeersatzstoffe zu behandeln und zu beurtheilen.

1122. — *Prüfung auf Ueberzugsmittel (Fett, Paraffin. Vaselin, Glycerin, Schellack, etc.)* — Man lässt 100—200 gr. zum Nachweis von *Fett, Paraffin* oder *Vaselin* mit niedrig siedendem Petroläther 10 Minuten stehen, giesst die Lösung ab, behandelt den Kaffee noch einige Male mit Petroläther, verdunstet, schüttelt mit warmem Wasser aus, nimmt mit Petroläther auf, filtrirt, verdunstet das Lösungsmittel, trocknet den Rückstand und bestimmt seine Verseifungszahl sowie die Refraktion.

Für den Nachweis von *Glycerin* wird ein kalter wässeriger Auszug hergestellt; dieser wird wie bei Bier und Süsswein auf Glycerin geprüft.

Zum Nachweis des *Schellaks* muss der Kaffee mit 90 p. c.-igem Alkohol behandelt werden.

1123. — *Bestimmung der abwaschbaren Stoffe nach dem Verfahren von Hilger.* — 10 gr. ganze Kaffeebohnen werden dreimal gleichmässig je eine halbe Stunde mit 100 c.c. Weingeist (gleiche Raumtheile 90- volumprocentiger Spiritus und Wasser) bei gewöhnlicher Temperatur stehen gelassen. Die vereinigten jeweilig abgegossenen Flüssigkeiten werden auf 1/2 l. gebracht und filtrirt. Ein abgemessener Theil der Lösung wird eingedampft, bei 100° getrocknet, gewogen, hierauf verascht und die Asche gleichfalls gewogen.

1124. — *Bestimmung der Extraktausbeute.* — 10 gr. werden mit 200 gr. Wasser übergossen und das Gesammtgewicht festgestellt. Man erhitzt zum Kochen und lässt 5 Minuten lang leicht kochen. Nach dem Erkalten füllt man auf das ursprüngliche Gewicht auf und filtrirt. 25—50 c.c. des Filtrates werden auf dem Wasserbade verdampft. Der Rückstand wird nach dreistündigem Trocknen gewogen.

1125. — *Bestimmung des Wassers.* — *a*) In ungebranntem Kaffee.— 50 gr. ganze Bohnen werden einige Stunden getroknet, ein bestimmter Theil der Bohnen dann fein gemahlen und drei Stunden getrocknet.

b) Im gebrannten Kaffee. — 5 gr. fein gemahlener Kaffee werden 3 Stunden getrocknet.

1126. — *Bestimmung des Koffeïns.* — 20 gr. fein gemahlener Kaffee werden mit 900 gr. Wasser einige Stunden aufgeweicht und dann unter Ersatz des verdampfenden Wassers vollständig ausgekocht, wozu bei Rohkaffee 3 Stunden, bei geröstetem Kaffee 1 1/2 Stunden erforderlich sind. Des Weiteren vergl. unter « Thee ».

1127. — *Bestimmung des Fettes.* — 10 gr. gemahlener Kaffee werden 2 Stunden getrocknet und mit Petroläther ausgezogen. Der Auszug wird verdunstet, der Rückstand mit warmem Wasser geschüttelt, nochmals mit Petroläther aufgenommen und filtrirt. Das Filtrat wird eingetrocknet und gewogen. (Das Ausziehen mit Aether, Petroläther und Benzin giebt verschiedene Zahlen.)

1128. — *Bestimmung des Zuckers.* — 5 gr. gemahlener Kaffee werden mit Petroläther entfettet und mit 90—95 p. c.-igem Weingeist ausgezogen. Der alkoholische Auszug wird eingedunstet, der Rückstand mit Wasser aufgenommen, durch Bleiessig geklärt, das Blei mit Natriumsulfat entfernt und der Zucker vor und nach der Inversion bestimmt.

1129. — *Bestimmung der in Zucker überführbaren Stoffe.* — 3 gr. gemahlener Kaffee werden mit 200 c.c. einer 2 1/2 p. c.- igen Salzsäure gekocht. Die Säure wird durch Bleikarbonat neutralisirt, filtrirt und mit Bleiessig entfärbt. Das Blei wird aus dem Filtrate mit Natriumsulfat entfernt, das Filtrat auf ein bestimmtes Volumen gebracht und in einem abgemessenen Theile der Zucker nach Meissl-Allihn bestimmt.

KAFFEE-ERSATZSTOFFE.

1130. — Als solche kommen zur Zeit in den Handel : Zubereitungen aus gebranntem Zucker, aus zuckerhaltigen Wurzeln und Rüben (Cichorien, Zuckerrüben, Löwenzahn), aus zuckerreichen Früchten (Feigen, Datteln, Johannisbrot), aus mehlhaltigen Früchten (Roggen, Gerste oder Malz (Kneipp-Kaffee), Leguminosen, Eicheln, etc.), aus fettreichen Rohstoffen (Erdnuss, Dattelkerne, etc.) und Mischungen verschiedener Kaffeeersatzstoffe.

1131. — *Beurtheilung.* — 1. Kaffeeersatzstoffe sind unter einer ihrer wirklichen Beschaffenheit entsprechenden Bezeich-

nung in den Handel zu bringen. Mischungen von Kaffee mit Kaffeeersatzstoffen sind als « Kaffeeersatzmischungen » zu bezeichnen. Als « Kaffeemischung » soll nur eine Mischung von mehreren Sorten echten Kaffees bezeichnet werden. In Verbindung mit Stoffnamen ist die Bezeichnung « Kaffee » auch für Ersatzstoffe zulässig, z. B. « Malzkaffee ». Wenn solche Stoffnamen gewählt werden, so sollen sie dem Wesen des bezeichneten Ersatzstoffes entsprechen. Bei Ersatzstoffmischungen soll der Namen von dem Hauptbestandtheil genommen werden.

2. Kaffeeersatzstoffe sind verdorben, wenn sie mit Schimmelpilzen durchsetzt oder versauert, verbrannt oder aus verdorbenen Rohstoffen hergestellt sind.

3. Der Aschengehalt beträgt bei Kaffeeersatzstoffen aus Wurzeln bis 8 p. c., aus Früchten bis 4 p. c. (aus Feigen bis 7 p. c.); der Sandgehalt bei Kaffeeersatzstoffen aus Wurzeln bis 2 1/2 p. c., aus Früchten bis 1 p. c.

Zusätze werthloser Stoffe, wie Diffusionsschnitzel, Torf, Lohe, Erde, Sand, Ocker, Schwerspath und dergleichen, sind zu verwerfen und als Verfälschungen zu betrachten.

4. Desgleichen ist der Zusatz von Mineralölen und Glycerin zu verwerfen. Dahingegen ist der Zusatz von Pflanzenölen, gerbsäurehaltigen Pflanzenstoffen oder Auszügen aus ihnen, von Kochsalz und von Alkalikarbonaten in kleinen Mengen sowie von koffeïnhaltigen Pflanzenstoffen oder Auszügen aus ihnen nicht zu beanstanden, sofern durch diese letzteren Zusätze nicht echter Kaffee vorgetäuscht werden soll.

1132. — *Bestimmung des in Wasser löslichen Theiles.* — 10 gr. der Trockenmasse werden mit 200 c.c. Wasser übergossen und gewogen, zum Kochen erhitzt und 5 Minuten kochend erhalten. Nach dem Erkalten wird mit destillirtem Wasser auf das ursprüngliche Gewicht aufgefüllt und filtrirt. 25—50 c.c. des Filtrates werden dann eingedampft und getrocknet.

1133. — *Bestimmung des Zuckers.* — Ein abgemessener

Theil des auf vorstehende Art erhaltenen Filtrats wird verdampft, mit 90 p. c.-igem Alkohol allmählich aufgenommen, die Lösung wieder verdunstet und abermals mit Wasser aufgenommen. In dieser Lösung wird der Zucker gewichtsanalytisch oder titrimetrisch bestimmt.

1134. — *Bestimmung der durch Säuren in Zucker überführbaren löslichen Stoffe.* — Ein abgemessener Theil des bei 1032 erhaltenen Filtrats ist zu invertiren und der Zucker nach bekannten Verfahren zu bestimmen.

THEE.

1135. — Der Thee besteht aus den getrockneten Blattknospen und Blättern des Theestrauches, Thea chinensis, und seiner verschiedenen Spielarten.

Der *grüne* Thee wird in der Weise hergestellt, dass die Blätter sofort nach dem Pflücken und Welken gerollt, in der Sonne getrocknet und dann in Pfannen über Feuer schwach geröstet werden.

Der *schwarze* Thee unterscheidet sich von dem grünen nur durch die Herstellungsweise. Die gepflückten Blätter werden 1 bis 2 Tage sich selbst überlassen, wodurch sie welken und ihre Elasticität verlieren, worauf sie gerollt werden können. Diese noch feuchten gerollten Blätter werden in etwa 2 Zoll dicker Schicht aufgehäuft. Tritt nun ein Gährungsvorgang ein, durch welchen die Umwandlung der noch rohen Theeblätter zu schwarzem Thee erfolgt; es findet hierbei eine wesentliche Abnahme des Gerbstoffes statt. Nach vollendeter Gährung wird der Thee getrocknet u. s. w.

1136. — *Verfälschungen.* — Zusatz von Weidenblättern (Salix alba und pentandra), von Blättern des sogenannten wilden Thees, Blättern von Epilobium angustifolium und hirsutum, Ulmus campestris, Prunus, Fragaria vesca, Fraxinus

excelsior, Sambucus nigra, Rosa canina, Ribes nigrum, sowie bereits ausgekochte Blättern des echten Thees.

Als Farbstoffe : Berlinerblau, Bleichromat, Karamel, Kampecheholz, Katechu, Indigo, Humus, Kino, Kurkuma, Graphit u. s. w.

1137. — *Beurtheilung.* — 1. Fremde pflanzliche Beimengungen dürfen nicht vorhanden sein.

2. Der Wassergehalt soll 8—12 p. c. betragen.

3. Der Aschengehalt soll 8 p. c. nicht überschreiten; der in Wasser lösliche Theil der Asche muss mindestens 50 p. c. der Gesammtasche betragen.

4. Das wässerige Extrakt soll für grünen Thee mindestens 29 p. c., für schwarzen Thee mindestens 24 p. c. betragen.

5. Der Koffeïngehalt soll wenigstens 1,0 p. c. betragen.

1138. — *Bestimmung des Koffeïns.* — *a*) 20 gr. werden viermal mit Wasser ausgekocht, auf 1,000 c.c. gebracht, filtrirt, 600 c.c. des Filtrates mit Natronlauge bis zur alkalischen Reaktion versetzt und 10 Stunden mit Chloroform ausgezogen.

Das Lösungsmittel wird abdestillirt und die Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl ausgeführt. Aus dem Stickstoffgehalt wird durch Multiptikation mit 3,464 das Koffeïn (wasserfrei) berechnet.

b) 20 gr. werden mit 900 gr. Wasser aufgeweicht und dann unter Ersatz des verdampfenden Wassers vollständig ausgekocht. Man lässt dann auf 60—80° erkalten, setzt 75 gr. einer Lösung von basischem Aluminiumacetat (7,5—8 p. c.-ig) und 1,9 gr. Natriumbikarbonat zu, kocht auf und bringt das Gesammtgewicht nach dem Erkalten auf 1,020 gr. Nun wird filtrirt, 750 gr. des Filtrates werden mit 10 gr. Aluminiumhydroxyd und mit etwas zum Brei angeschütteltem Filtrirpapier im Wasserbade eingedampft, der Rückstand ausgetrocknet und mit Tetrachlorkohlenstoff ausgezogen. Der Tetrachlorkohlenstoff wird abdestillirt, das zurückbleibende Koffeïn getrocknet und gewogen.

1139. — *Bestimmung des wässrigen Extraktes.* — 20 gr. Thee werden auf dem siedenden Wasserbade mit 400 c.c. Wasser stehen gelassen, die Masse filtrirt und nachgewaschen, bis die Menge der Filtrates ein Liter beträgt. Aus dem bei 100° getrockneten Filter-Rückstande wird die Extraktmenge berechnet.

1140. — *Nachweis künstlicher Färbung.* — Vorproben : 1. Reiben der feuchten Theeblätter auf weissem Papier; 2. Reiben der Theeblätter aneinander durch Schütteln in einem Sieb; 3. Behandeln der Blätter mit warmen Wasser.

2 gr. Thee werden mit Wasser aufgekocht, das Filtrat mit 3 c.c. Bleiacetatlösung versetzt und zu diesem Filtrat Silbernitrat gegeben. Bei Gegenwart von *Katechu* entsteht ein gelbbrauner, flockiger Niederschlag, während reiner Thee nur eine schwach braune Färbung giebt.

Wird Thee mit Wasser aufgeweicht, so löst sich ein Theil des *Kampechefarbstoffes* auf; derselbe ist durch sein Verhalten gegen neutrales Kaliumchromat (durch die schwärzlich blaue Färbung) zu erkennen. Auch mikroskopisch ist er nachzuweisen.

KAKAO UND CHOKOLADE.

1141. — Die sog. *Kakaobohnen* sind die Samen des Kakaobaumes (Theobroma Cacao).

Der Gehalt an Theobromin schwankt in den enthülsten Bohnen zwischen 0.8 und 2.2 p. c.

Der Fettgehalt der rohen ungeschälten Bohnen beträgt 41—48 p. c., der geschälten und gebrannten Bohnen 48—55 p. c.; in letzteren schwankt der Stärkegehalt zwischen 7—10 p. c.

Kakao wird aus den Bohnen hergestellt, welche nach dem Rösten von den Keimen und Schalen befreit und unter Erwärmen auf 70—80° zu einer gleichförmigen Masse, der sogenannten *Kakaomasse*, verrieben werden.

Entölter Kakao, Kokaopulver, löslicher Kakao, aufgeschlossener Kakao sind in Pulverform gebrachte Kakaomasse, nachdem dieser durch Auspressen bei gelinder Wärme ungefähr die Hälfte des Fettgehaltes entzogen wurde. Fast in allen Kakaofabriken wird die Masse mit kohlensaurem Natrium oder kohlensaurem Kalium (holländisches Verfahren) oder mit Ammoniak, kohlensaurem Ammonium oder einem Gemenge dieser verschiedenen Alkalien und Magnesia verrieben; auch wird mittels Dampfdruckes und anderer geeigneter Verfahren diese sogen. Aufschliessung herbeigeführt.

Chokolade ist eine Mischung von Kakaomasse mit Zucker nebst einem bis zu 1 p. c. ansteigenden Zusatz von Gewürzen.

Manche Sorten von Chokolade erhalten ausserdem einen Zusatz von Kakaoöl (Kakaobutter).

1142. — *Verfälschungen.* — Puder-Kakao und billigere Chokoladensorten werden, ohne dass dies aus der Bezeichnung hervorgeht, mit Mehl versetzt und mit Bolus oder Eisenoxyd (Oker) oder sonstigem Farbstoff gefärbt.

Ferner dienen fein zerriebene Kakaoschalen zur Fälschung von Chokolade.

Weit häufiger kommt ein theilweiser Ersatz des Kakaofettes bei der Bereitung von Chokolade durch billigere Fette vor, z. B. durch thierische Fette (wie den flüssigen Antheil von Rindstalg) und pflanzliche Fette aller Art (Kokosbutter, Sesamöl, Baumwollsaatöl) oder durch Gemische daraus (Margarine).

Auch ein übermässiger Zusatz von Zucker kann unter Umständen als Fälschung der Chokolade angesehen werden.

An Stelle der Vanille oder des Vanillins verwendet man nicht selten Perubalsam, Tolubalsam, Storax, Benzoë.

1143. — *Beurtheilung.* — 1. Kakaomasse, Kakaopulver, ebenso Chokolade dürfen keinerlei fremde pflanzliche Beimengungen (Stärke, Mehl etc.), keine Zusätze von Kakao-

schalen und keine fremden Mineralbestandtheile (soweit sie nicht durch das Aufschliessen hereingelangen) und keine fremden thierischen oder pflanzlichen Fette enthalten. Bei Chokolade ist ein bis 1 p. c. steigender Zusatz von Gewürzen gestattet.

2. Kakaomasse enthält 2—5 p.c. Asche und 48—54 p. c. Fett.

3. Kakaopulver enthält wechselnde Mengen Fett. Der Aschengehalt ist auf fettfreie Kakaomasse umzurechnen, und wird daher, bei nicht mit Alkalien aufgeschlossenem Kakaopulver, derselbe sein wie bei Kakaomasse; bei mit Alkalien aufgeschlossenem Kakao darf die Zunahme 2 p. c. des entölten Pulvers nicht übersteigen.

4. Chokoladen (auch Kouvertüren) enthalten wechselnde Mengen von Zucker und Fett. Ihr Aschengehalt soll nicht unter 1 p. c. und nicht über 2,5 p. c. betragen.

Zucker und Fett sollen in guter Chokolade zusammen nicht mehr als 85 p. c. betragen.

Chokoladen, welche Mehl enthalten, müssen mit einer diesen Zusatz anzeigenden Bezeichnung versehen sein.

1144. — *Bestimmung des Fettes.* — 5—10 gr. werden mit gleichen Theilen Sand verrieben mindestens 16 Stunden lang mit Aether ausgezogen. Bei zuckerreichen Kakaowaaren wird der Zucker zweckmässig zuvor durch Auswaschen mit Wasser beseitigt.

1145. — *Untersuchung des Fettes auf Reinheit.* — 1. Bestimmung des Schmelzpunktes (N^r^ 910). — Reines Kakaofett schmilzt bei 32—34°.

2. Bestimmung des Brechungsindex (N^r^ 911). — Der Brechungsindex liegt bei 40° zwischen 46 und 47.8.

3. Bestimmung der Jodzahl (N^r^ 913). — Die Jodzahl von reinem Kakaofett ist in der Regel 33—38.

4. Bestimmung der Verseifungszahl. — Die Verseifungszahl beträgt 190—200, meistens 194—195.

Man wägt 1 bis 2 gr. Fett ab, setzt 25 c.c. alkoholische 1/2 Normal-Kalilauge hinzu, und erhitzt 15 Minuten zum Sieden. Man titrirt mit 1/2 Normal-Salzsäure das überschüssige Alkali zurück.

1146. — *Bestimmung des Theobromins und Koffeïns.* — 10 gr. werden mit 150 gr. Petroläther übergossen und 12 Stunden stehen gelassen. Hierauf wird der Petroläther vom Rückstande getrennt, und dieser getrocknet. Der Rückstand wird mit 100 c.c. 3 bis 4 p. c.-iger Schwefelsäure 3/4 Stunden gekocht, dan wird in der Siedehitze mit in Wasser aufgeschlemmtem Baryumhydroxyd genau neutralisirt. Die neutralisirte Masse wird abgedampft, und der Rückstand mit Chloroform ausgezogen. Das Chloroform wird abdestillirt, der Rückstand bei 100° getrocknet, hierauf mit 100 gr. Tetrachlorkohlenstoff eine Stunde stehen gelassen. Die filtrirte Lösung wird durch Destillation vom Tetrachlorkohlenstoff befreit, der Rückstand wiederholt mit Wasser ausgekocht, die wässerige Lösung eingedampft und bei 100° getrocknet (Koffeïn). Das Theobromin, welches sich noch ungelöst befindet, sowie das Filter werden ebenfalls mit Wasser wiederholt ausgekocht, dieses verdampft, der Rückstand bei 100° getrocknet, und so das Theobromin erhalten.

1147. — *Bestimmung der Zuckers.* — 1. Zur Ausführung der polarimetrischen Bestimmung werden 13.024 gr. Chokolade abgewogen, mit Alkohol angefeuchtet, mit 30 c.c. Wasser übergossen, 10—15 Minuten auf dem Wasserbad erwärmt, heiss filtrirt, und der Rückstand mit heissem Wasser nachgewaschen, bis das Filtrat etwa 100 c.c. beträgt. Man versetzt mit 5 c.c. Bleiessig, lässt 1/4 Stunde stehen, fügt einige Tropfen Alaunlösung sowie feuchtes Thonerdehydrat hinzu, füllt mit Wasser auf 110 c.c. auf, schüttelt gut durch und filtrirt. Das Filtrat wird im 200 mm-Rohr polarisirt.

2. — Zur Ausführung der gewichtsanalytischen Bestimmung, entfettet man eine abgewogene Menge Chokolade mit Aether, zieht sodann den Zucker mit verdünntem Alkohol aus

und wiegt den nach dem Verjagen des Alkohols verbleibenden Rückstand um darnach eine annähernd 1 p. c.-ige Lösung herzustellen. Ein Theil dieser Lösung wird mit Bleiessig entfärbt, mit Natriumsulfat entbleit und der Invertzucker nach Allihn bestimmt.

1148. — *Mikroskopisch-botanische Untersuchung.* — Die Entfettung der Proben mit Aether-Alkohol ist vor der mikroskopischen Untersuchung zu empfehlen.

Zur Erkennung fremder Stärke ist nur der mikroskopische Nachweis geeignet; der Vergleich mit Zählpräparaten kann eine annähernde Schätzung der Menge der Stärke ermöglichen.

Da an den Sachverständigen die Frage herantreten kann, festzustellen, wie viel Kakaoschalen in den Kakaofabrikaten enthalten sind, so sei noch auf den Vorschlag hingewiesen, welcher sich darauf gründet, durch ein Schlemmverfahren die specifisch schwereren Schalentheile von der Kakaosubstanz zu trennen.

WASSER.

1149. — Unter « Wasser » soll hier ausschliesslich nur das Trink-und häusliche Gebrauchswasser verstanden werden.

1150. — ***Beurtheilung.*** — a) ***Nach der physikalischen und chemischen Untersuchung.*** — 1. Das Wasser soll klar, farblos und geruchlos sein und keinen fremdartigen Beigeschmack besitzen.

Die Temperatur des Wassers soll für unsere Verhältnisse etwa der mittleren Jahrestemperatur entsprechen, möglichst beständig sein und thunlichst 12° nicht übersteigen.

Das Wasser soll weiter während 24 Stunden keinen nennenswerthen Bodensatz liefern.

2. Die Gesammtmenge der gelösten Bestandtheile wird

abhängig sein von den Bodenverhältnissen, aus welchen das Wasser stammt.

Durch organische stoffe soll der Abdampfungsrückstand nicht wesentlich gefärbt sein, vor allem aber darf er sich bei dem Erhitzen nicht schwärzen.

3. Der Permanganatverbrauch liefert einen Werth, welcher alle oxydirbaren Bestandtheile des Wassers umfasst und dabei den Gehalt an organischen Bestandtheilen desselben theilweise zum Ausdruck bringt.

Er ist insofern heranzuziehen, als er in Vergleich gestellt wird mit Ergebnissen von Wasser gleicher Herkunft an Stellen, wo dieses noch seine natürliche Beschaffenheit bewahrt hat.

4. In einem Wasser von natürlicher Reinheit pflegen Ammoniak, salpetrige Säure und eiweissartig Verbindungen nicht, Salpetersäure nur in geringen Mengen vorzukommen.

a) Das etwa vorhandene Ammoniak ist in der Regel ein Erzeugniss der Fäulniss und als solches in einem Wasser bedenklich.

Bei Tiefbrunnen, kommen mitunter geringe Mengen Ammoniak vor, welches durch Reduktion von Salpetersäure entstanden.

b) Die salpetrige Säure rührt entweder von einer Reduktion der Salpetersäure oder von einer unvollständigen Oxydation des Ammoniaks her.

Ihr Vorkommen zeigt daher stets an, dass es dem Wasser an genügendem Sauerstoffzutritt fehlt, und erscheint in solchem Falle die Annahme gerechtfertigt, dass das Wasser etwaige Verunreinigungen nicht mit Sicherheit unschädlich machen kann.

c) Noch bedenklicher als Ammoniak und salpetrige Säure ist das sog. Albuminoid-Ammoniak.

d) Findet sich nur Salpetersäure, so ist dadurch eine vollständige Oxydation der Stickstoffverbindungen erwiesen. Kommt dieselbe aber in grösseren Mengen vor, besonders gleichzeitig neben viel organischen Stoffen (Permanganatverbrauch), Chloriden, Sulfaten und Bakterien, so lässt das auf

eine Verunreinigung durch menschliche oder thierische Abfallstoffe schliessen und bleidt dann zu erwägen, ob die vollständige Oxydation beständig und von Dauer sein wird.

Zur Beurtheilung dieser Verhältnisse muss man auch hier die Beschaffenheit des fraglichen Wasser mit der des unbeeinflussten natürlichen Grundwassers der betreffenden Gegend oder des Ortes in Vergleich ziehen.

5. Die Chlorverbindungen sind im Wasser zum Theil mineralischer Herkunft; sie können aber auch aus Abfallstoffen bedenklicher Art herstammen. Besteht letzterer Verdacht, so wird der Chlorgehalt des Wassers in Zusammenhang mit Ammoniak, salpetrige Säure und verhältnissmässig grosse Menge von Salpetersäure zu prüfen sein; hier werden insbesondere die Berücksichtigung der örtlichen Verhältnisse und der Vergleich des Wassers mit dem gleicher Herkunft an unbeeinflussten Stellen die Beweisführung erleichtern.

6. Die Schwefelsäure tritt als Gips auf oder ist das Oxydationserzeugniss schwefelhaltiger Verbindungen.

7. Der Befund der halbgebundenen Kohlensäure kann als Kontrolle dienen für die Bestimmung der vorübergehenden Härte. Die freie Kohlensäure verleiht dem Wasser einen erfrischenden Geschmack.

8. Phosphorsäure ist für gewöhnlich in einem Trinkwasser nicht enthalten; ihr Vorkommen deutet immer auf eine Verunreinigung durch menschliche und thierische Abgänge.

9. Schwefelwasserstoff soll nicht vorhanden sein, höchstens kann man bei Tiefbrunnen Spuren unbeanstandet lassen.

10. Ein geringer Eisengehalt giebt zu einer Beanstandung keine Veranlassung; dagegen hat die Verwendung eines Wasser, welches sich bei dem Aufbewahren in nicht ganz gefüllter Flasche unter öfterem Schütteln und Lüften nach 48 Stunden trübt, für Leitungszwecke seine Bedenken, da in einem solchen Wasser *Crenothrix polyspora* gedeiht und zu Verstopfungen des Rohrnetzes führen kann.

11. Die Erdalkalien bedingen die Härte des Wassers; man unterscheidet « Gesammthärte », nämlich die Gesammtheit der in dem ungekochten Wasser enthaltenen Salze, « vorü-

bergehende oder temporäre Härte », die durch Kochen abgeschiedenen Salze und « bleibende oder permanente Härte », die nach dem Kochen noch gelöst bleibenden Kalk-und Magnesiasalze.

Deutsche Härtegrade bedeuten Theile CaO, französische Theile $CaCO_3$ für 100000 Theile Wasser; durch Multiplikation der französischen Härtegrade mit 0,56 erhält man deutsche Härtegrade.

Einen zuverlässigen Ausdruck für die Härte erhält man nur aus der Berechnung mit den quantitativ ermittelten Werthen für Kalk und Magnesia, wobei die Magnesia durch Multiplikation mit 1,4 umzurechnen ist.

Gesundheitliche Bedenken stehen der Verwendung eines harten und auch sehr harten Wassers nicht im Wege, wohl aber machen sich bei Verwendung eines solchen Uebelstände für den Gebrauch im Haushalte, beim Kochen, Waschen u. s. w. fühlbar.

Es dürfte daher stets gerathen sein, auf das Eintreten letzterer Uebelstände mindestens aufmerksam zu machen, wenn sich die Gesammthärte, in deutschen Härtegraden ausgedrückt, 10—15 nähert.

b) *Nach dem mikroskopischen Befunde.* — Ein Wasser, welches neben Crenothrix- und anderen Pilzfäden, sowie neben Infusorien viel Diatomeen enthält, hat Zuflüsse von mehr pflanzlichen Zersetzungsherden erhalten; ein solches Wasser ist zwar unrein, aber deswegen noch nicht gesundheitsschädlich.

Finden sich aber neben den chemischen Anzeichen der Fäulniss auch die verschiedensten Pilzfäden, Zoogloeen von Bakterien, Infusorien und Radiolarien aller Art, oder gar körperliche Verunreinigungen, welche durch ihre Herkunft bedenklich sind, wie Abfallstoffe aus der Küche, dem Haushalt, Reste von Koth und dergl., so kann ein solches Wasser in besonderen Fällen direkt gesundheitsschädlich werden und ist dann die Beanstandung hiermit zu begründen.

c) *Nach dem bakteriologischen Befunde.* — 1. Ein reines

gutes Wasser soll nur wenige Bakterien oder Keime von Mikrophyten enthalten.

Bei einem reinen Grundwasser aus nicht verunreinigten Bodenschichten übersteigt bei tadelloser Anlage die Anzahl der Keime von Mikrophyten selten 50 in 1 c.c. Ist die Anlage aber keine völlig vollkommene, so kann die Zahl der Keime bedeutend — auf 100 bis 200 Keime 1 in c.c. — anwachsen.

Aehnliche Verhältnisse können bei neuen und umgebauten Anlagen vorkommen, besonders wenn erhebliche Erdbewegungen stattgefunden haben.

In anderen Fällen kommen aber, so besonders im Wasser aus Schiefergebirge, mehrere hundert und mehr Mikrophytenkeime in 1 c.c. vor, ohne dass diese schädlich sind, zumal wenn sie nur von einer Bakterienart herrühren.

In diesen letzteren Fällen ist jedoch darauf hinzuweisen. dass solche Wässer nicht gleichmässig gut filtrirt sind, und damit die Möglichkeit einer Infektion nicht unbedingt ausgeschlossen ist.

2. Schwankt die Anzahl der Bakterien, d. h. ist sie zu gewissen Zeiten wesentlich höher als zu anderen Zeiten, so ist das ein Zeichen für zeitweise besondere Verunreinigungen eines Wassers, sei es aus den Bodenschichten oder durch besondere Zuflüsse, oder durch ungenügend wirkende Filtration.

3. Ein Wasser, welches pathogene Mikroorganismen enthält, oder begründeten Verdacht für das Vorhandensein derselben giebt, ist stets vom Genusse auszuschliessen, bis der Gegenbeweis erbracht ist.

d) *Gesammtbeurtheilung auf Grund des chemischen und bakteriologischen Befundes.* — 1. Trifft bei einem Wasser hohe Keimzahl mit dem Vorhandensein von Ammoniak, salpetriger Säure, grossen Mengen gelöster organischer Stoffe (hoher Permanganatverbrauch, Schwärzen des Abdampfungsrückstandes bei dem Erhitzen und Albuminoidammoniak u. s. w.) zusammen, so muss das Wasser unbedingt verworfen werden.

2. Liegt hoher Keimgehalt einerseits und liegen andererseits

keinerlei belastende Umstände hinsichtlich der chemischen Zusammensetzung vor, so ist die Vermuthung berechtigt, dass das Wasser rein ist. Die hohe Keimzahl kann dann bedingt sein durch Fehler in der Wassergewinnungsanlage. In einem solchen Falle muss zunächst die Wassergewinnungsanlage einer genauen Musterung unterworfen werden.

3. Ist ein Wasser verhältnissmässig reich an gelösten Bestandtheilen im Gesammten und weist es hohe Gehalte an Nitraten und Chloriden auf bei gleichzeitigem Vorhandensein von Ammoniak und mittleren Mengen an gelösten organischen Stoffen, so entstammt das Wasser einem verunreinigten Boden, wie er sich als Untergrund von Städten, Gehöften u. s. w. häufig findet. Ein solches Wasser kann bei einer einzelnen Untersuchung niedere Keimzahlen geben, aber bei einer Wiederholung nach Wochen hohe, ja auch sehr hohe Keimzahlen.

Wenn man bei niederem Keimgehalt auf Grund einer einmaligen Untersuchung ein solches Wasser auch nicht geradezu beanstanden muss, so dürfte es doch stets gerathen sein, darauf hinzuweisen, dass ein solches Wasser unter anderen Verhältnissen verunreinigt werden kann. Denn während zu einer Zeit die Filtrationsfähigkeit des Bodens noch eine genügende war, kann sie unter anderen meteorologischen Verhältnissen nicht mehr ausreichen, und dann kann eine Verunreinigung des Wassers eintreten.

1151. — *Bestimmung des Abdampfrückstandes und des Glühverlustes.* — Man dampft 250 oder 500 c.c. ein, trocknet 2 Stunden bei 110° und wägt.

Den Trockenrückstand erhitzt man langsam über freier Flamme und beobachtet die eintretenden Veränderungen.

Will man den Glühverlust feststellen, so zerstört man durch vorsichtiges Erhitzen die organischen Stoffe und verwandelt den gebildeten Aetzkalk u. s. w. wieder in Karbonate.

1152. — *Bestimmung des Kaliumpermanganat-bezw. Sauerstoff-Verbrauchs.* — 100 c.c. werden mit 1/2 c.c.

Natronlauge, sodann mit 10 c.c. oder so viel 1/100 Normal-Chamäleonlösung versetzt, dass das Wasser auch beim Kochen noch roth gefärbt bleibt. Das Kochen erfolgt genau 10 Minuten lang. Die gekochte Flüssigkeit lässt man auf 50—60° erkalten, fügt 10 c.c. verdünnte Schwefelsäure (1 : 3) und 10 c.c. bezw. eine gleiche Anzahl c.c. 1/100 Normal-Oxalsäure zu und titrirt, nachdem sich alle Flocken von Manganoxyduloxyd gelöst haben und die Lösung farblos geworden ist, mit derselben Chamäleonlösung, bis wieder Rosafärbung eintritt.

1153. — *Nachweis und Bestimmung des Ammoniaks und des Albuminoid-Ammoniaks.* — a) *Qualitativer Nachweis des Ammoniaks.* — 100 c.c. werden mit ca. 1/2 c.c. Natriumhydratlösung (1 : 2) und 1 c.c. Natriumkarbonatlösung (2,7 : 5) versetzt, der Niederschlag absetzen gelassen, die überstehende Flüssigkeit abgegossen und mit Nessler'schem Reagens versetzt. Je nachdem eine schwach gelbe oder eine rothbraune Färbung oder gar ein rothbrauner Niederschlag entsteht, enthält das Wasser wenig oder viel Ammoniak.

b) *Quantitative Bestimmung des Ammoniaks.* — Für geringe Mengen kolorimetrisch, wie bei der qualitativen Prüfung.

Ergeben sich nach diesem Verfahren mehr als 10 mgr. oder 20 mgr. Ammoniak in 1 l, so empfiehlt es sich, dasselbe durch Destillation mit Magnesia zu bestimmen.

c) *Bestimmung des Albuminoid-Ammoniaks.* — Man kocht 1—2 l Wasser erst unter Zusatz von Magnesia oder ammoniakfreier Natriumkarbonatlösung längere Zeit, um alles fertig gebildete Ammoniak auszutreiben. Nach dem Erkalten stetzt man 100 c.c. einer Lösung zu, welche 200 gr. Kalihydrat und 8 gr Kaliumpermanganat im Liter enthält, und kocht wieder mehrere Stunden ; das entwickelte Ammoniak wird in einer Vorlage aufgefangen und wie üblich bestimmt.

1154. — *Nachweis und Bestimmung der salpetrigen*

Säure. — a) *Qualitativer Nachweis.* — α) Etwa 50 c.c. werden mit etwa 1/2 c.c. Zinkjodidstärkelösung, darauf nach dem Mischen mit 5—6 Tropfen verdünnter Schwefelsäure versetzt und wieder gemischt; oder man löst in 50—100 c.c. Wasser einige kleine Körnchen Jodkalium, fügt etwa 1 c.c. frisch bereiteter Stärkelösung und dann 1 bis 2 c.c. verdünnter Schwefelsäure hinzu.

Da diese Reaktion durch organische Stoffe und Ferrisalze beeinflusst, ferner eine später eintretende Reaktion auch durch Bakterien hervorgerufen werden kann, so wird die vorstehende Prüfung zweckmässig durch die folgende kontrollirt.

β) Etwa 100 c.c. werden mit 1—2 c.c. verdünnter Schwefelsäure (1 : 3) und dann mit 1 c.c. einer farblosen Lösung von schefelsaurem Metaphenylendiamin versetzt; je nachdem wenig oder viel salpetrige Säure vorhanden ist, entsteht eine braune bis gelbbraune, selbst röthliche Färbung eines Azofarbstoffes (Triamidoazobenzol, Bismarckbraun).

γ) 2 gr. Natriumnaphtionat und 1 gr. β-Naphtol werden in 200 c.c. Wasser gebracht, mit diesem kräftig durchgeschüttelt und die Mischung filtrirt.

Zu etwa 10 c.c. Wasser fügt man 10 Tropfen von dem Naphtolreagens, ferner 2 Tropfen koncentrirte Salzsäure und schüttelt die Mischung einige Male gut durch; lässt man alsdann etwa 20 Tropfen Ammoniak einfliessen, so tritt bei Gegenwart von salpetriger Säure an der Berührungsgrenze ein mehr oder weniger roth gefärbter Ring auf; schüttelt man dann gut durch, so wird die ganze Flüssigkeit je nach der Menge der vorhandenen salpetrigen Säure mehr oder weniger roth oder rosa gefärbt erscheinen.

b) Quantitative Bestimmung derselben. — α) Nach dem kolorimetrischen Verfahren.

β) Zur Bestimmung durch Titration bereitet man 1/100 Chamäleonlösung, ferner 1/50 Normal-Eisenammonsulfatlösung, von welcher 10 c.c = 10 c.c. 1/100 Chamäleonlösung; 1 c.c. der letzteren entspricht 0,19 mgr. salpetriger Säure.

100 c.c. des Wassers werden mit einem Ueberschuss von 1/100 Chamäleonlösung versetzt und mit 5 c.c. verdünnter Schwefelsäure (1 : 3) angesäuert. Darauf setzt man eben soviel Eisenammonsulfatlösung zu und titrirt mit Chamäleon bis zu eben eintretender Rothfärbung zurück.

Wenn die Titration in der Kälte bei 15° vorgenommen wird, so wirken die organischen Stoffe nicht oder kaum schädlich.

1155. — *Bestimmung der Salpetersäure.* — *a) Qualitativer Nachweis.* — α) Einige Körnchen Diphenylamins werden in 5 c.c. koncentrirter Schwefelsäure gelöst; hiernach lässt man langsam 1 c.c. des Wassers zufliessen und rührt um. Bei Gegenwart von Salpetersäure tritt eine blaue Färbung ein.

β) Man giebt zu dem mit Schwefelsäure angesäuerten Wasser ein Stückchen Zink und prüft dann auf salpetrige Säure nach einem der vorstehenden Verfahren.

γ) Man löst etwas Brucin in koncentrirter Schwefelsäure und lässt 1 c.c. des zu prüfenden Wassers zufliessen. Eine starke Rothfärbung zeigt die Gegenwart von Slpetersäure an.

b) *Quantitative Bestimmung.* — *α)* Durch Ueberführen in Ammoniak.

1 l des Wassers wird bis auf etwa 30—60 c.c. eingedampft und in einen Kochkolben gegeben. Nach dem Erkalten säuert man die Flüssigkeit schwach mit Schwefelsäure an, fügt 10 c.c. verdünnte Schwefelsäure vom specifischen Gewicht 1,35 und 5 gr. Ferrum hydrogenio reductum hinzu und bedeckt den Kolben mit einem birnförmigen, mit kalten Wasser gefüllten Gefäss. Der Kolben wird angewärmt so, dass eine lebhafte, aber nicht zu heftige Gasentwicklung vor sich geht, lässt die Flüssigkeit nach etwa 4 Minuten sieden und erhält ungefähr eine Minute lang im Sieden. Man lässt erkalten, fügt 50 c.c. destillirtes Wasser und 20 c.c. Natronlauge von 1,25 specifischem Gewicht zu und bestimmt das Ammoniak durch Destillation unter Vorlegen von 1/10 Normal-Schwefelsäure.

β) Durch Ueberführen in Stickstoffoxyd mittels Salzsäure und Eisenchlorürs.

100 c.c. bis 1 l werden auf etwa 50 c.c. eingedampft.

1156. — *Bestimmung des Chlors.* — Das Chlor wird für gewöhnlich maassanalytisch bestimmt.

Für sehr kleine Mengen von Chlor (unter 10 mgr. im Liter) bestimmt man am besten gewichtsanalytisch. 500 c.c. Wasser werden mit Salpetersäure angesäuert, sofort mit salpetersaurem Silberoxyd versetzt und zur Abscheidung des Chlorsilbers erwärmt. Die Wägung des Chlorsilbers geschieht am besten nach der Reduktion im Wasserstoffstrome als metallisches Silber. Sind grössere Mengen organischer Stoffe zugegen, so dampft man das mit kohlensaurem Natrium deutlich alkalisch gemachte Wasser ein, erhitzt den Rückstand zu gelindem Glühen und bestimmt das Chlor in dem wässerigen Auszuge.

Bei hohem Gehalt an organischen Stoffen, werden 100 c.c. des filtrirten Wassers zum Kochen erhitzt, ein oder mehrere Körnchen Kaliumpermanganat hinzugesetzt und so lange gekocht, bis die Flüssigkeit vollständig farblos geworden ist und die Manganoxyde sich flockig abgeschieden haben. Hat man etwas zu viel Kaliumpermanganat zugesetzt, so fügt man einen oder einige Tropfen absoluten Alkohol zu, bis Entfärbung eintritt. Dann wird filtrirt, ausgewaschen und das wasserhelle Filtrat mit 1/10 Normalsilberlösung titrirt.

1157. — *Bestimmung der Schwefelsäure.* — 200 c.c. bis 1 l des Wassers werden mit Salzsäure deutlich angesäuert, wenn erforderlich eingedampft und kochend heiss mit einem Ueberschusse von Chlorbaryum gefällt.

1158. — *Bestimmung des Kalkes.* — Das Filtrat von dem Ammonniederschlage säuert man mit Essigsäure an und fällt mit oxalsaurem Ammon.

1159. — *Bestimmung der Magnesia.* — Das Filtrat von dem oxalsauren Kalk verdampft man zur Trockne und verjagt

durch Glühen die Ammonsalze. Den Rückstand nimmt man mit Salzsäure und Wasser auf und fällt in der Lösung die Magnesia als phosphorsaure Ammonmagnesia.

1160. — *Mikroskopische Untersuchung.* — Die mikroskopische Untersuchung des Wassers wird meist nur erforderlich sein, wenn dasselbe eine Trübung oder vereinzelte schwimmende Theilchen aufweist. Um sich diese Stoffe zugänglich zu machen, filtrirt man sie ab oder lässt sie in einem Spitzglase absetzen oder sammelt sie durch Centrifugiren.

Sind namentlich zu beachten :

1. Verunreinigungen durch menschliche und thierische Abfallstoffe, Abfälle durch den menschlichen Haushalt ;

a) Fasern von Wolle, Baumwolle, Leinen, Papier ;

b) Stärkekörner, pflanzliche Gewebe, Fleischreste, Reste von Stuhlentleerungen ;

2. Sand, Lehm, Humus, Holztheilchen, Rinden- und Gewebstheile, Strohreste, Pollenkörnchen, Haare, Farbstoffreste, Insektenpanzer, Bakterien, Sporen niederer Pflanzen ;

3. Lebende Thiere und Pflanzen, Pflanzenreste (Infusorien, Algen, Pilze, Diatomeen, Konferven u. s. w.), aus dem Wasser, der Quellfassung, dem Brunnenschachte u. s. w. stammend.

1161. — *Bakteriologische Untersuchung.* — Die Wasserproben sind, wenn das Wasser nicht auf Eis verpackt und aufbewahrt wird, längstens 1 1/2—2 Stunden nach der Entnahme zu den Kulturversuchen zu verwenden.

Zur Feststellung der Keimzahl sind 4 Kulturversuche mit Nährgelatine entweder in Petri'schen Schalen, oder auf Glasplatten anzustellen. Hierzu sind je 1 c.c. oder Theile eines solchen zu verwenden; bei stärker verunreinigtem Wasser wird man zu Verdünnungen mit sterilisirtem Wasser schreiten müssen.

Für die Kulturversuche ist eine Fleischextraktpepton-Nährgelatine ausreichend.

ESS-, TRINK- UND KOCHGESCHIRRE.

METALLGEGENSTANDE.

1162. — *Gesetzliche Anforderungen.* — Ess-, Trink- und Kochgeschirre, Flüssigkeitsmaasse dürfen nicht:

a) ganz oder theilweise aus Blei oder einer in 100 Gewichtstheilen mehr als 10 Gewichtstheile Blei enthaltenden Metalllegirung hergestellt werden;

b) an der Innenseite mit einer in 100 Gewichtstheilen mehr als einen Gewichtstheil Blei enthaltenden Metalllegirung verzinnt oder mit einer in 100 Gewichtstheilen mehr als 10 Gewichtstheile Blei enthaltenden Metalllegirung gelöthet werden;

c) mit Email oder Glasur versehen sein, welche bei halbstündigem Kochen mit einem in 100 Gewichtstheilen 4 Gewichtstheile Essigsäure enthaltenden Essig an den letzteren Blei abgeben.

Auf Geschirre und Flüssigkeitsmaasse aus bleifreiem Britanniametall findet die Vorschrift unter *b* betreffs des Lothes nicht Anwendung.

Konservenbüchsen dürfen auf der Innenseite, Geschirre und Gefässe zur Verfertigung von Getränken und Fruchtsäften dürfen in denjenigen Theilen, welche bei dem bestimmungsgemässen oder vorauszusehenden Gebrauche mit dem Inhalte in unmittelbare Berührung kommen, nicht den oben unter *a* bis *c* angeführten Vorschriften zuwider hergestellt sein.

Zur Herstellung von Druckvorrichtungen zum Ausschank von Bier, sowie von Siphons für kohlensäurehaltige Getränke und von Metalltheilen für Kindersaugflaschen dürfen nur Metalllegirungen verwendet werden, welche in 100 Gewichtstheilen nicht mehr als 1 Gewichtstheil Blei enthalten.

Metallfolien dürfen zur Packung von Käse nicht verwendet werden, wenn sie in 100 Gewichtstheilen mehr als 1 Gewichtstheil Blei enthalten.

Mühlsteine, welche sur Verfertigung von Nahrungs- und Genussmitteln bestimmt sind, dürfen an der Mahlfläche nicht mit Blei- oder bleihaltigen Stoffen versehen sein.

1163. — *Untersuchung.*— Soweit es sich um die Untersuchung von Legirungen handelt, welche lediglich aus Zinn und Blei bestehen, kann als vorläufige, aufklärende Probe die Ermittelung des Bleigehaltes durch Bestimmung des specifischen Gewichtes auf hydrostatischem Wege dienen.

Um den Bleigehalt der Verzinnung zu ermitteln, löst man 30—50 gr. desselben in Salzsäure und chlorsaurem Kalium unter Erwärmen auf, verdampft bis zur Verjagung des Chlors, verdünnt mit schwach salzsäurehaltigem Wasser, leitet in die heisse Lösung Schwefeldioxyd ein und vertreibt den Ueberschuss der schwefligen Säure durch Erwärmen, worauf man mit Schwefelwasserstoff fällt.

Der Niederschlag wird abfiltrirt und mit Natriumpolysulfidlösung erwärmt. In dem Rückstande wird das Blei durch Ueberführen in Bleisulfat bestimmt; die Lösung von Natriumthiostannat wird auf ein bestimmtes Volumen verdünnt und in einem abgemessenen Theil das Zinn bestimmt.

Töpfergeschirre und Emailgeschirre.

1163. — *Gesetzliche Anforderungen.* — Töpfer- und Emailgeschirre dürfen nicht mit einer Glasur oder Email versehen sein, welche bei halbstündigem Kochen mit einem 4 Gewichtstheile Essigsäure in 100 Gewichtstheilen enthaltenden Essig an diesen Blei abgeben.

1164. — *Untersuchung.* — Die durch halbstündiges Auskochen mit 4 p. c. -iger Essigsäure erhaltene Flüssigkeit wird mit Salzsäure angesäuert und mit Schwefelwasserstoff behandelt; eine schwarze Fällung deutet die Anwesenheit von Blei oder Kupfer an.

Entsteht lediglich eine Gelb- oder Braunfärbung, so ist ein

weiterer Nachweis des Bleisulfids durch Ueberführung in Bleisulfat oder Bleichromat zu erbringen.

Die Essigauskochung ist, wenn nöthig, auf Kupfer, Zinn, Zink, Arsen und Borsäure zu prüfen.

Für den Fall einer Beanstandung ist eine quantitative Bestimmung des in Lösung gegangenen Metalles zu empfehlen.

Kautschukgegenstande.

1165. *Gesetzliche Anforderungen.* — Zu Mundstücken für Saugflaschen, Saugringe und Warzenhütchen darf blei- oder zinkhaltiger Kautschuk und zur Herstellung von Trinkbechern, zu Leitungen von Bier, Wein oder Essig darf bleihaltiger Kautschuk nicht verwendet werden.

Schwefelantimon und Schwefelkadmium sind als Färbemittel der Kautschukmasse zulässig.

1166. *Untersuchung.* — Die organische Masse wird mit koncentrirter Salpetersäure oxydirt, darauf nach Zugabe von Salpeter und kohlensaurem Natrium verschmolzen und die Schmelze in üblicher Weise weiter untersucht.

FARBEN.

Farben für Nahrungs- und Genussmittel.

1167. *Gesetzliche Anforderungen.* — Zur Herstellung von Nahrungs- und Genussmitteln, welche zum Verkauf bestimmt sind, dürfen Farben und Farbzubereitungen nicht verwendet werden, welche Antimon, Arsen, Baryum, Blei, Chrom, Kadmium, Kupfer, Quecksilber, Uran, Zink, Zinn, Gummigutti, Korallin und Pikrinsäure enthalten.

1168. *Untersuchung.* — a) ***Prüfung auf anorganische Farbstoffe.*** — Die vorhandene organische Substanz wird

zerstört und der Rückstand nach den anerkannten Regeln der Analyse weiter behandelt.

b) *Prüfung auf organische Farbstoffe.* — a) Gummigutti. — Man zieht die mit Sand verriebene und mit Salzsäure durchfeuchtete Masse mit Aether oder Chloroform aus. Ist der Aether oder das Chloroform gefärbt, so verdünnt man einen Theil der Lösung mit Alkohol und fügt Eisenchloridlösung hinzu. Tritt hierbei Schwarzfärbung ein, so kann Gummigutti zugegen sein. In diesem Falle wird der ätherischen Lösung durch stark verdünntes Ammoniak die Gambiogasäure entzogen und diese nach dem Verdampfen der Lösung durch ihr Verhalten gegen Metallsalze, z. B. gegen Baryumchlorid, Kupfersulfat u. s. w. nachgewiesen.

β) Korallin. — Die Masse wird mit Sand verrieben und nacheinander mit Aether und Alkohol ausgezogen. Die Auszüge werden verdunstet und der Rückstand mit verdünnter Natronlauge ausgezogen. Wird die alkalische purpurrothe Lösung mit Ferricyankalium versetzt, so wird die rothe Farbe der Lösung noch viel dunkler.

γ) Pikrinsäure. — Man kocht mit Alkohol aus, verdampft die Lösung zur Trockne und löst den Rückstand in Wasser. Die neutrale oder schwach schwefelsaure Lösung färbt Wolle stark gelb, giebt mit einer Lösung von Kaliumcyanid und Kalihydrat beim gelinden Erwärmen eine tiefrothe Färbung von Isopurpursäure, und mit Kalilauge und etwas Traubenzucker erwärmt, gleichfalls Rothfärbung von Pikraminsäure.

Farben für Gefässe, Umhüllungen oder Schutzbedeckungen zur Aufbewahrung oder Verpackung von Nahrungs- und Genussmitteln.

1169. — *Gesetzliche Anforderungen.* — Für Gefässe, Umhüllungen pp. ist verboten die Anwendung der unter N^r 1167 genannten Farben mit Ausnahme der nachstehend verzeichneten :

Schwefelsaures Baryum (Schwerspath, blanc fixe); —

Barytfarblacke, welche von kohlensaurem Baryum frei sind; — Chromoxyd; — Kupfer, Zink, Zinn und deren Legirungen als Metallfarben; — Zinnober; — Zinnoxyd; — Schwefelzinn als Musivgold.

Zulässig sind ferner die unter Nr 1167 genannten gesundheitsschädlichen Farben in Glasmassen, Glasuren und Emails eingebrannt und im äusseren Anstrich von Gefässen aus wasserdichten Stoffen.

1170. — *Untersuchung.* — Wie unter Nr 1168.

J.-B. A.

